JULIANA COSTA VEIGA DA SILVA

Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um *dual* autoadesivo ao esmalte bovino

São Paulo

2019

JULIANA COSTA VEIGA DA SILVA

Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um *dual* autoadesivo ao esmalte bovino

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Dentística) para obter o título de Mestre em Ciências.

Orientadora: Profa. Dra. Luciana Fávaro Francisconi dos Rios

São Paulo

2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Silva, Juliana Costa Veiga da.

Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um *dual* autoadesivo ao esmalte bovino / Juliana Costa Veiga da Silva; orientadora Luciana Fávoro Francisconi dos Rios -- São Paulo, 2019.

101 p. : graf., fig. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Dentística – Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Condicionamento do esmalte dentário. 2. Ácido fosfórico. 3. Propriedades físicas e químicas. 4. Esmalte dentário. 5. Cimentos de resina. 6. Resistência de União. 7. Autoadesivo. I. Rios, Luciana Fávoro Francisconi dos. II. Título.

Silva JCV. Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um *dual* autoadesivo ao esmalte bovino. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovado em: 17 / 02 /2020

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). Ezequias Costa Rodrigues Júnior

Instituição: -----

Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a). Flavia Pardo Salata Nahsan

Instituição: UFS

Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a) Maria Angela Pita Sobral

Instituição: FOUSP

Julgamento: Aprovada

Dedico esse trabalho...

Principalmente a **Deus**, por ter me dado saúde e por ter me guiado ao longo dessa trajetória. Sem Ele nada disso seria possível!

Aos **meus pais**, Marlene e Caetano, que tanto amo e que tanto me apoiaram e acreditaram em mim. Sou eternamente grata pela educação que vocês me deram. Se sou o que sou hoje, é graças a vocês. Obrigada por tudo! Tenho muito orgulho de ter vocês como pais... um exemplo de família para mim. Vocês são maravilhosos!

Ao **meu irmão** e melhor amigo, Caetano Júnior, que sempre presente no meu dia-a-dia foi fundamental para me dar forças e para escutar minhas angústias da longa jornada enfrentada. Obrigada pela paciência, pelo companheirismo e pelos conselhos que sempre me deu... Você é o melhor irmão que eu poderia ter!

Ao Bruno, meu noivo, no início, e agora **marido**, que além de ter me dado muito carinho e amor sempre me incentivou na profissão, vendo sempre meu potencial a todo momento. Obrigada por todo o apoio e compreensão na busca desse sonho! Espero poder viver muitos outros sonhos ao seu lado... te amo!

E a todos os **amigos e familiares**, que me acompanharam e que estiveram na torcida durante essa fase.

AGRADECIMENTOS

À **Profa. Dra. Luciana Fávaro Francisconi dos Rios**, pela orientação não somente durante o mestrado, mas durante a graduação como orientadora nas iniciações científicas, e como professora durante o curso. Tendo um importante papel na minha formação acadêmica e como Cirurgiã-Dentista. Você é uma inspiração para mim, um exemplo de pessoa e de profissional. Obrigada pelos ensinamentos e pelo carinho durante toda essa trajetória!

Ao **Prof. Dr. Vahan Agopyan**, digníssimo reitor da Universidade de São Paulo.

Ao **Prof. Dr. Rodney Garcia Rocha**, digníssimo diretor da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Ao **Prof. Dr. Celso Luiz Caldeira**, digníssimo coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

A todos os funcionários da Seção de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo: **Carlos, Cátia, Alessandra, e Alvarinda** por todas as informações e orientações prestadas.

Ao **Fernando**, da Comissão de Pesquisa, pelo apoio e informações, e pelos serviços prestados.

À **Luciana**, da Seção de Convênios, pela ajuda na aquisição de parte dos materiais de consumo destinados à pesquisa.

À Seção Técnica de Informática e Audiovisual, em especial, **Alcimar, Diego e Marinho**, por todo o apoio técnico e por sempre estarem dispostos a ajudar.

Ao Serviço de Documentação Odontológica (SDO): **Afonso e André**, pelos serviços de plotagem para os eventos e congressos; **Glauci e Vânia** pelo suporte bibliotecário e pela verificação da normalização desse trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Dentística: **Silvana, Selma, Aldo, Leandro e David**, por toda a convivência e por todo o carinho.

A todos os **professores da FOU SP**, em especial os docentes do departamento de Dentística, com quem tive o prazer de conviver e de ter maior contato. Agradeço todo o conhecimento compartilhado.

Aos **alunos de Graduação**, pelo carinho e pelas trocas de experiências. Essa vivência foi fundamental para meu crescimento acadêmico e profissional. Vocês serão eternamente lembrados. Espero ter contribuído de alguma forma para o aprendizado de cada um de vocês.

Agradeço também à minha banca de qualificação, composta pelas **Profas. Dras. Maria Angela Pita Sobral e Mary Caroline (Maine) Skelton Macedo**, pelas considerações e sugestões dadas em função da aula apresentada. Essa primeira experiência jamais será esquecida.

À **Dentsply**, representada pela Fabiana, pela doação de seringas de ácido fosfórico (Condicionador Dental Gel), indispensáveis para o presente estudo.

Ao **Prof. Dr. Heitor Marques Honório**, pela condução da análise estatística e pelas orientações para interpretação dos resultados.

À **Bruna de Oliveira Iatarola**, que foi uma grande parceira ao longo desse trabalho. Sempre disposta a ajudar, me acompanhou durante as etapas laboratoriais com muita dedicação, sendo fundamental para a conclusão do mesmo.

Ao **Giovanni Aguirra Liberatti**, pela revisão da tradução do resumo.

Ao **Bruno Pegoraro**, pelo auxílio na formatação e na edição dos gráficos.

A todos os colegas de pós-graduação, em especial ao “time Lu”: **Bruna, Karin, Giovanni, Aloísio e Juan**, com os quais eu mais convivi e tive a oportunidade de trabalhar.

E, por fim, agradeço a todos os amigos e colegas que contribuíram direta ou indiretamente para que esse trabalho fosse concluído.

"Ninguém caminha sem aprender a caminhar, sem aprender a fazer o caminho caminhando, refazendo e retocando o sonho pelo qual se pôs a caminhar."

Paulo Freire

RESUMO

Silva JCV. Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um *dual* autoadesivo ao esmalte bovino [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2019. Versão Original.

O sucesso dos laminados e fragmentos cerâmicos depende de boa interação entre o substrato dentário e o sistema cimentante resinoso, e deste com a restauração, já que além das diminutas dimensões envolvidas, não se determina, via de regra, qualquer outra forma de retenção da peça. Daí a potencial importância do adequado condicionamento ácido do esmalte, não ou minimamente preparado, determinante da interface adesiva mais suscetível à descimentação. Avaliou-se, assim, a resistência de união (RU) de um cimento resinoso convencional vs. um autoadesivo ao esmalte bovino em função do condicionamento com ácidos (fosfórico) com diferentes atributos e por vários tempos. Fragmentos de esmalte bovino, incluídos em resina acrílica (cilindros de PVC 1/2"), foram planificados e submetidos a criação de *smear layer* padronizada (lixa de SiC #180 e 600/1 min). Foram, então, submetidos a condicionamento com diferentes ácidos (autolimitante - Ultraetch/UE; “tradicional” - Condicionador Dental Gel/CDG); por vários tempos (15 s; 30 s; 60 s; 120 s), e à construção de microcilindros (1 mm de diâmetro) com um dos cimentos resinosos: RelyX Veener®/RXVen (aplicação prévia do adesivo Scotchbond Multipurpose) ou RelyX U200®/RX200. À parte, para cada cimento, considerou-se como controle/c o não condicionamento ácido do esmalte. Após 24 h, os três microcilindros por espécime, concernentes a este estudo, foram submetidos a teste de microcisalhamento (1 mm/min), avaliando-se o tipo de falha com microscópio digital (60X). Considerando-se como fatores experimentais o tipo de cimento (em dois níveis), o agente ácido para condicionamento do esmalte (em dois níveis), e o tempo pelo qual este permaneceu agindo (em quatro níveis), analisou-se estatisticamente os dados obtidos (MPa) por meio de Análise de Variância a 3 critérios e teste de Tukey. Para comparar cada um dos grupos experimentais, individualmente, com os controles, visto que a distribuição dos dados foi normal (Shapiro-Wilk, $p = 0,137$), mas não homogênea (Equal Variance Test, $p < 0,050$), empregou-se análise de Kruskal-Wallis e teste de Tukey. Em todos os casos adotou-se nível de significância de 5%. Independentemente do cimento utilizado e do tempo

pelo qual foi aplicado, o condicionamento com o ácido tradicional sempre implicou maiores valores de RU que aquele com o ácido autolimitante. Também independentemente do ácido aplicado, e do tempo pelo qual este permaneceu agindo, o uso do cimento *dual* autoadesivo sempre acarretou maiores valores de RU que o fotopolimerizável convencional. Apesar, ainda, do cimento ou do ácido utilizados, o tempo pelo qual este último permaneceu agindo não exerceu influência significativa sobre os resultados. Comparativamente ao não condicionamento, aquele com qualquer dos ácidos e por qualquer dos tempos sempre favoreceu a RU de ambos os cimentos ao esmalte. Ora, dentro das indicações de cada um dos cimentos, e tendo-se em mente que o autoadesivo, desde que associado a condicionamento ácido prévio, pode relacionar-se a melhor adesão ao esmalte, parece que não deve haver grande preocupação com o sobrecondicionamento desse substrato; pelo contrário, pode ser melhor optar por um ácido “tradicional”, vs. um autolimitante, independentemente do tempo que se determinar para sua ação.

Palavras-chave: Condicionamento Ácido Dentário. Ácido Fosfórico. Propriedades Físicas e Químicas. Esmalte Dentário. Cimentos Resinosos. Resistência de União. Autolimitante. Autoadesivo.

ABSTRACT

Silva JCV. "Traditional" vs. self-limiting phosphoric acid etching for different times on the bond strength of a conventional light-curing resin cement and a self-adhesive dual curing resin cement to bovine enamel [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2019. Versão Original.

The success of ceramic veneers and pieces depends on a good interaction between the dental substrate and the resin cementing system and its interaction with the restoration, since that, beyond the small dimensions involved, it is not determined, as a rule, any other form of retention of the piece. For this reason, it is important the proper acid etching of the enamel, non or minimally prepared, determining the adhesive interface most susceptible to debonding. Thus, bond strength (BS) of a conventional vs. self-adhesive resin cement to the bovine enamel was evaluated in relation to acid etching (phosphoric) with different attributes and for diverse times of application. Bovine enamel fragments, included in acrylic resin (0.5" PVC cylinders), were planned and subjected to standard smear layer creation (SiC #180 and #600/1 min sandpaper). They were then etched with different acids (EU: Ultraetch[®] / CDG: Dental Gel[®] Conditioner), for different times (0s - control / c; 15s; 30s; 60s; 120s), and to the construction of microcylinders (7 per tooth; 1 mm in diameter) with one of the resin cements: RV / RelyX Veener[®] (previous application of Scotchbond Multipurpose adhesive) or R200 / RelyX U200[®]. After 24h, they were submitted to a microshear test (1 mm/min), evaluating the type of failure with a digital microscope (40X). Regarding as experimental factors the type of cement (in two levels), the acid agent for enamel etching (in two levels) and its the time of action (in four levels), a statistical analysis of the data obtained was performed by means of a 3-way ANOVA analysis and a Tukey test. To compare each of the experimental groups individually and with control groups, Kruskal-Wallis and Tukey tests were used once the distribution was normal (Shapiro-Wilk, $p = 0.137$) but not homogenous (Equal Variance Test, $p < 0.05$). In all cases a significance level of 5% was adopted. Regardless of the cement used and its time of application, etching with traditional acid always revealed greater BS values than those with self-limiting acid. Additionally, regardless of the applied acid and of the time of its action, use of the

dual self-adhesive always obtained higher values of BS than the light-curing conventional one. Regarding the cement or the acid used, the time of application of the light-curing conventional cement did not exert any significant influence over the results. Comparatively to the non-etching, the one with any of the acids and any of the application time always favored BS of both cements to enamel. At the moment, within the indications of each of the cements and having in mind that the self-adhesive cement can be related to a better adhesion to enamel, as long as associated to previous acid-etching, it seems that there should be no major concern about the over-etching of this substrate. On the contrary, it might be better to choose a conventional acid instead of a self-limiting, regardless of the time determined for its action.

Keywords: Dental Acid Etching. Phosphoric Acid. Physical and Chemical Properties. Dental Enamel. Resin Cements. Bond Strength. Self limiting. Self-adhesive.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 4.1 - Incisivo bovino (A) sendo limpo com cureta periodontal (B) e com mistura de pedra pomes e água, utilizando-se escova em forma de pincel, em baixa rotação (C).....50
- Figura 4.2 - Ação de lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação #180 (A), em politriz metalográfica, sobre a região central e mais plana da porção coronária de cada dente (B)51
- Figura 4.3 - Politriz metalográfica (Ecomet 3 Machine - Buehler Ltda.) (A), programada para atuar com velocidade de 300 rpm (B)51
- Figura 4.4 - Máquina de corte de precisão (Isomet Low Speed Saw - Buehler Ltda.) (A), programada para atuar com velocidade de 300 rpm (B)52
- Figura 4.5 - Disco diamantado dupla face (Isomet 1000; Buehler Ltda.) (A) a ser utilizado para separar a porção radicular da coronária, e seccionar esta última em um fragmento retangular, após devida fixação de cada dente com cera pegajosa no centro de um dispositivo metálico específico ...52
- Figura 4.6 - Separação, por meio de seccionamento (A), das porções radicular e coronária de cada dente (B)53
- Figura 4.7 – Seccionamento da porção coronária (A) em fragmento retangular com área de aproximadamente 120 mm² (B)53
- Figura 4.8 - Fragmentos sendo individualmente embutidos em cilindros (15 mm de altura e 20 mm de diâmetro) obtidos de tubos de policloreto de vinila (PVC 1/2") (A), utilizando-se resina acrílica autopolimerizável incolor (B)54
- Figura 4.9 - Ação de lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação #180, na politriz metalográfica (A), e sequencialmente a lavagem abundante com jato de ar-água (B), uso, por 60 s, de lixa de granulação #600 e velocidade de 100 rpm (C), para padronizar a smear layer sobre o esmalte (D) ...55

- Figura 4.10 - Aplicação de cada ácido fosfórico com ponta aplicadora específica do respectivo fabricante, diretamente sobre a superfície do esmalte (A), e ação por tempo determinado por cada condição experimental (B)..... 59
- Figura 4.11 - Lavagem abundante da superfície com jato de ar-água da seringa tríplice por 30 s (A) e secagem com jato de ar livre de água/óleo por 5 s com distância aproximada de 1 cm (B)..... 59
- Figura 4.12 - Confeção de três orifícios circulares com 1 mm de diâmetro, com auxílio de um perfurador de Ainsworth (A) e posicionamento do fragmento de fita dupla face ácido-resistente sobre a superfície de esmalte (B) 60
- Figura 4.13 - Aplicação nas janelas de esmalte exposto, somente nos espécimes em que o cimento fotopolimerizável convencional seria utilizado, do primer de um sistema adesivo do tipo condicione e lave de 3 passos, de forma passiva (A), e após facilitação da evaporação do solvente, aplicação do bond, também de forma passiva e em fina camada (B), seguindo-se com fotoativação por 10 s (C)..... 61
- Figura 4.14 - Obtenção dos cilindros (1,0 mm de altura e 1,0 mm de diâmetro interno) a serem utilizados como matriz para confecção dos microcilindros de cimento (A), a partir de tubo de silicone puro atóxico (B), utilizando-se dispositivo padronizado para seccionamento do tubo (C) e lâmina de estilete (D)..... 62
- Figura 4.15 - Remoção da película protetora e exposição da porção aderente da fita adesiva dupla-face (A) e detalhe do posicionamento de um cilindro sobre tal fita (B) 62
- Figura 4.16 - Inserção do cimento no interior do cilindro, utilizando-se um instrumento manual do tipo calcador de Paiva nº1 (A), e colocação de tira de poliéster (B) e de lâmina de vidro recoberta de fita isolante preta (C) sobre seu topo, para extravasamento de material em excesso e minimização da formação de bolhas no interior do cimento 63
- Figura 4.17 - Através de um orifício confeccionado na fita isolante (A), a fim de permitir a passagem da luz, fotoativação com a ponteira do aparelho

centralizada sobre o cilindro e o mais próximo possível de seu topo, por 30 s (B).....	63
Figura 4.18 –Cimento em bisnaga do tipo clicker dispensado sobre bloco de papel (A) e espatulação com auxílio de espátula plástica para Ionômero Flexível nº142 (B).....	64
Figura 4.19 –Remoção dos tubos de silicone com auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15 C (A) e (B) e remoção da fita dupla-face (C)	64
Figura 4.20 - Espécime adaptado a dispositivo próprio para ensaio de microcisalhamento, fixado à máquina de testes universal Instron 5942 (A), e fio de aço de 0,25 mm de diâmetro envolvendo um microcilindro de cimento, em contato com a superfície de esmalte e, pois, o mais próximo possível da interface adesiva (B).....	65
Figura 4.21 - Microscópio digital (Dino-Lite Digital Microscope®; AnMo Electronics Corp.) em conjunto com software correspondente (DinoCapture 2.0® - versão 1.3.9; AnMo Electronics Corp.) (A) para análise das superfícies dantes constituintes da interface adesiva, com 60x de aumento (B)....	66
Figura 4.22 - Determinação do padrão de fratura por meio da obtenção de imagens de microscópio digital: falhas adesiva-A (A), mista-M (B), coesiva em esmalte-CE (C) e coesiva em cimento-CC (D).....	67

LISTA DE QUADROS

Quadro 4.1 – Grupos experimentais	56
Quadro 4.2 - Materiais utilizados para confecção dos espécimes: conteúdo, referência e lote, características e composição química	57

LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 5.1 - Valores médios $\pm$ desvio padrão de resistência de união (MPa) ao esmalte bovino em função do tipo do cimento utilizado (convencional/RXVen: Rely XTM Veneer®, autoadesivo/RXU200: Rely XTM U200®), do agente ácido (fosfórico) para condicionamento do esmalte (tradicional/CDG: Condicionador Dental Gel®, autolimitante/UE: Ultraetch®), e do tempo pelo qual este permaneceu agindo (15 s, 30 s, 60 s, 120 s)*69
- Gráfico 5.2 - Primeiro quartil, mediana, terceiro quartil e seus respectivos limites inferior e superior de resistência de união (MPa) ao esmalte bovino considerando-se, à parte do tipo do cimento utilizado (convencional/RXVen: Rely XTM Veneer®, autoadesivo/RXU200: Rely XTM U200®), do agente ácido (fosfórico) para condicionamento do esmalte (tradicional/CDG: Condicionador Dental Gel®, autolimitante/UE: Ultraetch®), e do tempo pelo qual este permaneceu agindo (15 s, 30 s, 60 s, 120 s), o não condicionamento ácido do esmalte como controle (c)*70
- Gráfico 5.3 - Percentual (%) de falhas do tipo adesiva (A), mista (M), coesiva em esmalte (CE) ou coesiva em cimento (CC) para cada um dos grupos experimentais71

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Falha Adesiva
ANOVA	Análise de variância
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato
CC	Falha coesiva em cimento
CDG	Condicionador Dental Gel
CE	Falha coesiva em esmalte
CEUA	Comissão de Ética no Uso de Animais
FOUSP	Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo
HEMA	Hidroxietil metacrilato
M	Falha Mista
MDP	Metacrilóiloxidecil di-hidrogênio fosfato
PVC	Policloreto de vinila
RU	Resistência de União
RXU200	RelyX U200
RXVen	RelyX Veneer
SiC	Carbeto de Silício
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
UE	Ultra-Etch
Y-TZP	Zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria

LISTA DE SÍMBOLOS

Mm	Milímetro
X	<i>Versus</i>
%	Por cento
S	Segundo (s)
®	Marca registrada
µm	Micrômetro
I, II, III	Algarismos romanos correspondentes aos números 1, 2 e 3
pH	Potencial Hidrogeniônico
pKa	Constante de dissociação
MPa	Megapascal
Min	Minuto
™	Trade Mark
µSBS	Resistência de união ao microcisalhamento
X	Vezes
°C	Graus Celsius
#	Granulação
RPM	Rotações Por Minuto
mm ²	Milímetro quadrado
1/2"	Meia polegada
Cm	Centímetro
mW/cm ²	Miliwatt por centímetro quadrado
nº	Número
Kgf	Quilograma-força
mm/min	Milímetro por minuto
cm ²	Centímetro quadrado

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	31
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	35
2.1	ADESÃO AO ESMALTE DENTÁRIO E POSSIBILIDADES DELA DECORRENTES	35
2.2	LIMITAÇÕES DA ADESÃO AO ESMALTE E NA CIMENTAÇÃO DE RESTAURAÇÕES INDIRETAS	39
2.3	DESCIMENTAÇÃO E OUTROS INSUCESSOS RELATIVOS A RESTAURAÇÕES INDIRETAS	43
3	PROPOSIÇÃO.....	47
4	MATERIAL E MÉTODOS	49
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	49
4.2	AQUISIÇÃO, SECCIONAMENTO, PLANIFICAÇÃO E INCLUSÃO DOS DENTES BOVINOS	49
4.3	PADRONIZAÇÃO DA <i>SMEAR LAYER</i> SOBRE O ESMALTE	54
4.4	DETERMINAÇÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS	55
4.5	CONDICIONAMENTO ÁCIDO	58
4.6	CONFEÇÃO DOS MICROCILINDROS DE CIMENTO.....	59
4.7	ENSAIOS DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO	65
4.8	ANÁLISE ESTATÍSTICA	67
5	RESULTADOS	69
6	DISCUSSÃO.....	73
7	CONCLUSÕES.....	79
	REFERÊNCIAS.....	81
	ANEXOS.....	99

1 INTRODUÇÃO

Diante da valorização da prática da Odontologia minimamente invasiva e da oportuna evolução dos materiais cerâmicos, hoje é possível se produzir laminados ultrafinos (0,1 a 0,3 mm), e cimentá-los adesivamente a superfícies sem qualquer ou com mínimo preparo/desgaste dentário, a fim de se modificar cor, forma e/ou posicionamento dos respectivos dentes (Strassler, 2007; Carpena et al., 2015; Souza et al., 2018). Não só dentes anteriores podem ser tratados dessa maneira, mas mesmos os posteriores têm recebido fragmentos, especialmente confeccionados em cerâmica de alta resistência e alta translucidez, para cobertura parcial, de cúspides inclusive, ainda que faltem ensaios clínicos controlados randomizados acerca de seu desempenho (Blatz et al., 2018). Aponta o senso comum, por exemplo, que os fragmentos cerâmicos são melhor opção de tratamento para o desgaste dentário erosivo em dentes posteriores do que as tradicionais *onlays* e coroas totais (Schlichting et al., 2011; Bahillo et al., 2014; Schlichting et al., 2016). Se não desnecessário, o preparo dentário é simples, intuitivo e bastante conservador, buscando-se apenas espaço interoclusal e consideração a detalhes anatômicos (Magne et al., 2010; Schlichting et al., 2011; Schlichting et al., 2016).

Numa ou noutra ocasião, uma boa interação entre o substrato dentário e o sistema cimentante resinoso, e deste com a cerâmica, é fundamental, visto que além das mínimas dimensões envolvidas, não se determina, via de regra, qualquer outra forma de retenção da peça (Blatz, 2002; Schlichting et al., 2016; Blatz et al., 2018). Particularmente no primeiro caso, em que se aplicam cerâmicas com boas propriedades estéticas e, pois, com considerável parcela de fase vítrea, ou ácido-sensíveis, a interface adesiva mais suscetível à falha é a estabelecida entre o esmalte e o sistema cimentante resinoso, onde se determina menor resistência de união, comparativamente à estabelecida entre este e a cerâmica (Haralur, 2018). A superfície de esmalte condicionada apresenta menos irregularidades que a de cerâmica condicionada, mais propensa a melhor adesão micromecânica, por conseguinte (Stacey, 1993; Haralur, 2018).

Vez, pois, que dentre as principais razões para o insucesso dos laminados cerâmicos está a descimentação, ainda que parcial, além de fraturas e defeitos, pigmentação e microinfiltração marginais (Dennison; Sarrett, 2012), e que,

sabidamente, existe correlação entre resistência de união e a habilidade de um sistema restaurador se manter em posição quando há pouca ou nenhuma retenção mecânica (Heintze, 2007), há que se reconhecer que a adesão ao esmalte, é essencial para o sucesso dos laminados cerâmicos (Patil et al., 2011; Sekhri et al., 2016).

Em tempo, uma boa adesão ao esmalte só é possível diante de seu condicionamento ácido (Buonocore, 1955) - para remoção da *smear layer*, criação de microporosidades e aumento da área e energia superficiais, a serem infiltradas pelo material resinoso (Buonocore, 1955; Erickson et al., 2009; Lin et al., 2010; Patil et al., 2011).

Nesse contexto, mais que a capacidade tampão da hidroxiapatita, a orientação dos prismas de esmalte e as variações de sua estrutura superficial (aprismático x prismático) (Myers et al., 1994; Carvalho et al., 2000; Pashley; Tay, 2001; Shimada; et al., 2002), fatores tais quais os atributos do ácido usado (tipo, concentração, viscosidade, tixotropia, pH e capacidade tampão) e o tempo por que permanece agindo podem afetar a desmineralização e, então, a resistência de união ao substrato (Legler et al., 1990; Salz et al., 2006; Zhu et al., 2014). Por exemplo, agentes contendo ácido fosfórico em concentrações inferiores a 30% são incapazes de condicionar adequadamente o esmalte, mas aqueles com concentrações superiores a 50% acabam por determinar insignificantes alterações de sua morfologia superficial (Zhu et al., 2014). No que se refere ao tempo, variações entre 15, ou até menos, e 60 s, aparentemente o máximo aceitável quando se considera o esmalte (Kimmes et al., 2010), parecem promover resultados clínicos similares com relação à adesão (Zhu et al., 2014). Se, porém, o ácido continuar a agir sobre tal substrato, sobrecondicionando-o, pode haver formação de subprodutos insolúveis e consequente prejuízo da sua interação com materiais resinosos (Sadowsky et al., 1990; Wang; Lu, 1991).

Daí o advento de agentes à base de ácido fosfórico, a 35%, com capacidade autolimitante (Opal Etch[®] e Ultra Etch[®]; Ultradent Corporation, Ultradent, South Jordan, UT). De acordo com o fabricante, esses são os únicos materiais com tal capacidade quanto à profundidade do condicionamento, que atinge, para a dentina, média de 1,9 μm , vs. 5,0 μm dos tradicionais, a 37%, após 20 segundos de aplicação: isso diminuiria o risco de impregnação resinosa incompleta (Ultradent.com).

Para o esmalte, um deles de fato mostrou-se capaz de condicionar, considerando-se um mesmo tempo de ação, menor profundidade que um de seus símiles tradicionais (Wilson et al., 2017). Sua ação, porém, não foi interrompida com o passar do tempo (Wilson et al., 2017), e seu uso não implicou vantagem quando se avaliou a resistência de união (RU) de determinado conjunto adesivo-resina composta (não propriamente um cimento resinoso) ao esmalte, mesmo quando sobrecondicionado (Peterson et al., 2016).

Admite-se, além disso, salvas limitações já ressaltadas, que cimentos resinosos convencionais, que usam um sistema adesivo como agente intermediário, especialmente se do tipo condicione-e-lave (Frankenberger; Tay, 2005), tendem a aderir de maneira satisfatória, em maior ou menor grau, ao esmalte (Sekhri et al., 2016).

Os autoadesivos, por sua vez, relacionam-se a menores valores de resistência de união a esse substrato (De Munck et al., 2004; Hikita et al., 2007; Duarte et al., 2008; Radovic et al., 2008; Ferracane et al., 2011; Azevedo et al., 2012; Rodrigues et al., 2015), que podem ser considerados relativamente moderados, mas se mostram insuficientes para a fixação de restaurações cuja retenção dependa exclusivamente da cimentação adesiva (Blatz et al., 2010; Blatz et al., 2018). Mesmo que não recomendado pelos fabricantes, pode favorecê-los o pré-tratamento com ácido fosfórico, por ora tradicional (De Munck et al., 2004; Hikita et al., 2007; Duarte et al., 2008; Rodrigues et al., 2015; Sekhri et al., 2016), ainda que isso nem sempre se processe (Azevedo et al., 2012; Peumans et al., 2013), ou que não se considere a influência de diferentes tempos de ação no contexto. Há que se reconhecer, por sinal, que o controle da profundidade do esmalte condicionado, nesse caso, deve ser preocupação relevante, já que o cimento pode não infiltrar totalmente, em função da maior viscosidade quando comparada à dos sistemas adesivos (Lin et al., 2010). Supõe-se, ainda, que o condicionamento ácido enfraquece a periferia dos prismas de esmalte e, diante da conservação de espaços não preenchidos pelo cimento autoadesivo, favorece a formação de fendas/falhas marginais e a propagação de trincas no substrato sob tensões repetidas (Bortolotto et al., 2007).

Este estudo propõe-se, então, a avaliar como o uso de um agente condicionante ácido fosfórico “tradicional” vs. de um autolimitante, aplicados por diferentes tempos, exercem influência sobre a RU de um cimento resinoso

fotopolimerizável convencional (por óbvio associado a aplicação prévia de sistema adesivo) e de um cimento resinoso *dual* autoadesivo ao esmalte bovino.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ADESÃO AO ESMALTE DENTÁRIO E POSSIBILIDADES DELA DECORRENTES

O advento da “Odontologia Adesiva” permitiu que vários procedimentos pudessem ser realizados de modo a se conservar e preservar a estrutura dentária (Lynch et al., 2014). Dessa forma, com a utilização de materiais adesivos, foi possível abandonar os conceitos restauradores tradicionais, visando-se sempre à menor remoção de tecidos sadios, a preparos cavitários menos destrutivos e, portanto, à realização de restaurações “menores” (Peters; Mclean, 2001).

O marco de seu início data de 1955, quando Buonocore sugeriu um condicionamento com ácido fosfórico como tratamento de superfície do esmalte previamente à adesão de resinas acrílicas. Após perceber bons resultados de adesão em dentes extraídos com tratamento de superfície, objetivou-se resolver o problema de obtenção de adesão da resina acrílica ao dente, aumentando assim a utilização desses materiais. Desejava-se dessa forma, a utilização de um material de preenchimento capaz de aderir-se fortemente à estrutura dentária, a fim de eliminar a necessidade de formas de resistência e de retenção no preparo das cavidades e de selar fóssulas e fissuras como um método de prevenção de lesões de cárie. Em tal estudo, dois ácidos foram testados, o ácido fosfórico a 85%, por 30 segundos, e o ácido oxálico a 10%; porém, o primeiro apresentou uma adesão mais forte e duradoura. Para isso, clinicamente, aplicou-se uma gota de resina acrílica com cerca de 5 mm de diâmetro nas superfícies vestibulares de dentes superiores e inferiores, de forma pareada em dentes com e sem tratamento de superfície (experimental e controle, respectivamente). Como resultado, o tratamento de superfície apresentou uma adesão mais duradoura, especialmente nos grupos condicionados com ácido fosfórico (1070 horas), quando comparado com o controle (11 horas).

Tal descoberta permitiu que materiais resinosos fossem utilizados penetrando nas microporosidades do esmalte condicionado, resultando em uma união micromecânica (Buonocore, 1955) e, pois, em maior retenção da restauração quando em função.

Outros agentes ácidos também foram testados a fim de condicionar a superfície dentária (ácidos maleico, oxálico, e até nitrato de alumínio), porém o fosfórico proporcionava melhores resultados de resistência de união diante das contrapartes (Swift; Cloe, 1993; Triolo et al., 1993).

Para que a adesão se processe, um adesivo deve ser colocado em íntimo contato com um aderente, e na interface se estabelecer um relacionamento entre eles (Noort, 2007; Marshall et al., 2010; Sakaguchi; Powers, 2012). Assim, em procedimentos odontológicos, a adesão é essencialmente o processo por meio do qual os diferentes materiais se unem aos substratos dentários. Ela pode ocorrer por meio de dois diferentes mecanismos: químico ou mecânico (Powers; Sakaguchi, 2006; Marshall et al., 2010).

A adesão química é considerada a mais efetiva (Marshall et al., 2010). Ocorre por interações no nível atômico ou molecular (Powers; Sakaguchi, 2006). A adesão mecânica, por sua vez, ocorre por meio do intertravamento ou da penetração de uma fase na superfície de outra (Powers; Sakaguchi, 2006; Marshall et al., 2010), em nível macro ou microscópico (Marshall et al., 2010). É justamente a adesão micromecânica a primordial responsável pela união de materiais resinosos às diferentes estruturas dentárias (Anusavice, 2005; Marshall et al., 2010; Sakaguchi; Powers, 2012). A união de compósitos hidrofóbicos ao esmalte e à dentina, hidrofílicos, é favorecida pelo uso de um agente intermediário: um sistema adesivo, que contenha compostos tais quais o hidroxietil metacrilato (HEMA) (Powers; Sakaguchi, 2006). Uma extremidade desta molécula é hidrofílica e responsável pelo bom relacionamento com a superfície dentária. Outra extremidade é hidrofóbica e apresenta uma ligação dupla de carbono polimerizável, responsável pela compatibilidade e reatividade com os monômeros resinosos do compósito (Powers; Sakaguchi, 2006).

Fundamental para esse bom relacionamento também é o fato de que o substrato deve estar devidamente limpo, livre de saliva, biofilme e outros detritos orgânicos, contaminantes que reduzem sua energia de superfície (Anusavice, 2005; Sakaguchi; Powers, 2012).

Deseja-se, portanto, um substrato com alta energia de superfície e um adesivo com baixa tensão superficial, para que ambos formem entre si um pequeno ângulo de contato e favoreça-se a capacidade de molhamento do agente adesivo (Anusavice, 2005; Sakaguchi; Powers, 2012), que tem relação direta com a

rugosidade superficial (Sakaguchi; Powers, 2012). Dessa forma, o condicionamento ácido parece fundamental para garantir uma boa adesão micromecânica aos substratos dentários (Anusavice, 2005).

Quando o esmalte se trata desse substrato, vale lembrar que é homogêneo e altamente mineralizado, constituído por 96% de mineral e 4% de substância orgânica e água (Ten Cate, 2001). O conteúdo inorgânico é composto principalmente por cristais de hidroxiapatita e a matéria orgânica é formada por uma fina camada que aparece entre os cristais (Ten Cate, 2001), que medem aproximadamente 0,03 a 0,2 μm (Nanci, 1985). Daí que seu condicionamento, com ácido fosfórico, resulta em perda de superfície de aproximadamente 10 μm e na determinação de uma camada morfologicamente porosa com 5 a 50 μm de profundidade (Gwinnett, 1971). A depender do material resinoso e do tipo de método/teste empregado, a resistência de união ao esmalte condicionado pode variar de 15 a 25 MPa (Bowen; Cobb, 1983; Barkmeier et al., 1985; Anusavice, 2005).

Dessa forma, o condicionamento ácido do esmalte, através da dissolução seletiva, tem a função de dissolver parte de seus prismas, criando irregularidades nas quais a resina irá penetrar e, após polimerização, intertravar-se mecanicamente (Kugel; Ferrari, 2000). Além disso, tem a função de aumentar a energia livre de superfície, permitindo que a resina a molhe e permeie (Anusavice, 2005). Formam-se, pois, *tags*/prolongamentos resinosos no interior do esmalte com cerca de 6 μm de diâmetro e de 10 a 20 μm de profundidade, que garantem retenção ao material (Ten Cate, 2001; Anusavice, 2005), evitando o deslocamento por forças de tração, por exemplo (Busscher et al., 1987).

Entretanto, o comprimento desses prolongamentos depende do tempo de condicionamento e de eficiente lavagem subsequente, a fim de que se altere satisfatoriamente a micromorfologia da superfície do esmalte e dela se eliminem os resíduos da reação com o ácido (Anusavice, 2005).

No que se refere à micromorfologia da superfície do esmalte condicionado, diferentes padrões podem ser identificados microscopicamente: tipo I, em que ocorre desmineralização do centro dos prismas, mantendo-se a periferia intacta, conhecido por seu aspecto de colmeia; tipo II, em que ocorre desmineralização da periferia do prisma, conservando-se o núcleo; e tipo III, em que se manifesta um padrão de condicionamento misto, evidenciando-se áreas dos tipos I e II, associadas a áreas

com padrão irregular, não relacionado à morfologia dos prismas (Silverstone et al., 1975). Sabe-se que os dois primeiros tipos, especialmente o I, são mais favoráveis ao estabelecimento de interfaces adesivas em esmalte e, assim, desejáveis ao se eleger o agente a ser aplicado e o período em que deve permanecer agindo (Zhu et al., 2014).

Apesar disso, e de Silverstone et al. (1975) afirmarem que o padrão tipo I é o mais comumente encontrado, em um trabalho em que se avaliou a micromorfologia da superfície do esmalte em função do condicionamento com ácido fosfórico ou com um *primer* ácido, observou-se maior frequência daquele do tipo II e do tipo III, respectivamente (Mithiborwala et al., 2015). A não utilização de ácido fosfórico para condicionamento prévio do esmalte, caso em que se aplicam sistemas adesivos autocondicionantes ou cimentos resinosos autoadesivos, por exemplo, já havia sido relacionada a menor resistência de união ao substrato (Kugel; Ferrari, 2000; Duarte et al., 2008; Lin et al., 2010; Sekhri et al., 2016).

De fato, as características do esmalte condicionado dependem, para além do potencial tampão da hidroxiapatita e da orientação dos prismas (Carvalho et al., 2000; Salz et al., 2006), dos atributos do ácido aplicado, como tipo e concentração, viscosidade, tixotropia, pH, capacidade tampão e etc. (Silverstone, 1974; Zidam; Hill, 1986; Legler et al., 1990; Carstensen, 1992), e do tempo que se mantém atuando (Legler et al., 1989; Legler et al., 1990; Zhu et al., 2014).

Ao longo dos anos, houve diversas tentativas de se variar o tempo de condicionamento e a concentração de ácido fosfórico (Gottlieb et al., 1982; Månson-Rahemtulla et al., 1984; Barkmeier et al., 1985; Wang; Lu, 1991). Concentrações entre 30 a 50% foram avaliadas, inclusive por um tempo menor do que os 60 segundos inicialmente preconizados (Silverstone, 1974). Passou-se a considerar ideal, então, tempos de 15 a 30 segundos, ou até menores (Zhu et al., 2014), o que é compatível com o conceito de condicionamento ácido total, que apregoa o tratamento do esmalte e da dentina simultaneamente (Inokoshi et al., 1982).

Já a utilização de ácido fosfórico em concentrações inferiores a 10% não produz efeitos significativos na resistência de união ao esmalte. Por outro lado, concentrações superiores a 50% resultam na pronta formação de uma camada aderente de monocalcício fosfato monohidratado, que inibe a dissolução contínua (Chow; Brown, 1973; Gottlieb et al. 1982; Anusavice, 2005).

De qualquer forma, o estudo do condicionamento ácido dos diferentes substratos dentários e o aperfeiçoamento dos materiais adesivos, tais quais os sistemas adesivos, as resinas compostas, e os cimentos resinosos, possibilitaram manobras clínicas antes inconcebíveis (Matos et al., 2017). Além das restaurações diretas em resina composta, indicadas para tratamento de lesões cáries (Feld, 1977; Swift, 1988) ou não cáries (Harnirattisai et al., 1993; Ianzano; Gwinnett, 1993), fraturas (Singhal; Pathak, 2012) e comprometimentos estéticos (Ritter, 2005; Sadowsky, 2006), uma série de outros procedimentos tornaram-se viáveis, tais como o tratamento da hipersensibilidade dentinária (Brännström et al., 1979), o reparo de restaurações (Hannig et al., 2003; Wendler et al., 2016), também a cimentação de braquetes ortodônticos (Miura et al., 1971), de pinos intrarradiculares (Majeti et al., 2014) e de restaurações indiretas (Rosenstiel et al., 1998).

No último caso, especificamente, tornou-se possível indicar, de início facetas de porcelana (Calamia, 1983; Horn, 1983), e hoje fragmentos cerâmicos com pouquíssima espessura, para restauração de dentes, agora com mínimo ou nenhum preparo sequer (Goldstein, 2007; Nosti, 2009; Lowe, 2010; Pini et al., 2012; D'arcangelo et al., 2018). Por meio da cimentação de peças ultrafinas ao esmalte dentário solucionam-se casos de amelogenese imperfeita ou hipoplasia de esmalte, desgaste dentário, diastemas, dentes conóides, dentes pequenos ou girovertidos, dentre inúmeros outros (Della Bona, 2009).

Para que estes sejam bem-sucedidos, contudo, há que se buscar a melhor relação possível entre adesivo e aderente, em cada uma das interfaces estabelecidas, inclusive e particularmente naquela entre esmalte e sistema de cimentação (Marshall et al., 2010; Öztürk et al., 2013).

2.2 LIMITAÇÕES DA ADESÃO AO ESMALTE E NA CIMENTAÇÃO DE RESTAURAÇÕES INDIRETAS

Apesar de a adesão ao esmalte ser considerada previsível, satisfatória e duradoura (De Munck et al., 2005; Matos et al., 2017), desde seus primórdios (Brudevold et al., 1956; Buonocore, 1963; Fusayama et al., 1979), vários fatores

podem contribuir negativamente nesse sentido (Powers et al., 1995; Prasad et al., 2014).

Quando de um preparo, por mínimo que seja, a superfície dentária restará recoberta por uma película microscópica de consistência viscosa, denominada camada de esfregaço, ou *smear layer*, que reduz a energia livre de superfície do substrato e sua capacidade de molhamento (Anusavice, 2005).

Por outro lado, alguns autores afirmam que um preparo mínimo, ainda que apenas uma asperização, é necessário a fim de se remover a camada mais externa do esmalte, aprismática e hipermineralizada, presente principalmente na região cervical (Shimada et al., 2002), e de se potencializar os efeitos do condicionamento ácido, maximizando-se a adesão (Ripa et al., 1966; Schneider et al., 1981; Whittaker, 1982; Peumans et al., 1999; Della Bona, 2009).

De qualquer forma, parece comprovado que, diante da utilização de restaurações indiretas confeccionadas em porcelana, para que ocorra uma boa adesão, o esmalte deve estar presente, pelo menos, em 50% do remanescente dentário e em, especificamente, 70% das margens do preparo (Della Bona; Kelly, 2008; McLaren; Whiteman, 2010). Nos casos em que há menos de 50% do remanescente dentário e/ou menos de 70% das margens em esmalte, sugere-se a utilização de cerâmicas vítreas (McLaren; Whiteman, 2010).

O entrelaçamento do material resinoso com a superfície do esmalte, à propósito condicionado (Short et al., 1976; Peumans et al., 1999; Marshall et al., 2010; Van Meerbeek et al., 2011), é que oferece a melhor união possível ao remanescente dentário (Barkmeier et al., 1999; Yazici et al., 2007). Daí a importância do condicionamento ácido seletivo diante da utilização de sistemas adesivos do tipo autocondicionante/universal (Frankenberger et al., 2008; Van Meerbeek et al., 2011; Antoniazzi et al., 2016; Diniz et al., 2016).

É necessário, todavia, que o condicionamento ácido do esmalte sempre se processe da melhor maneira possível: caso contrário, o relacionamento aderente-adesivo é prejudicado (Marshall et al., 2010). Quando se excede o tempo de condicionamento do esmalte, por exemplo, além de se remover uma camada de tecido sadio, pode-se promover comprometimento da resistência de união (Barkmeier et al., 1985; Wang; Lu, 1991; Barkmeier et al., 2009).

Nesse sentido, mas aparentemente mais se pensando na dentina, idealizou-se um agente ácido fosfórico com função autolimitante: mesmo que se ultrapassasse

o tempo de ação indicado, expondo-se a superfície dentária ao ácido por longos períodos, não decorreria comprometimento da interface adesiva e/ou sensibilidade pós-operatória, já que profundidade máxima de 1,9 μm seria condicionada, assegurando-se a penetração do adesivo por toda a zona descalcificada (Ultradent.com). Extrapolando-se o conceito para o esmalte, tornar-se-ia possível o tratamento de vários dentes simultaneamente, sem grandes preocupações com as consequências de um possível sobrecondicionamento (Barkmeier et al., 2009)

Segundo o fabricante, o ácido fosfórico autolimitante é suficientemente viscoso para evitar a respectiva migração numa superfície vertical; contudo, pode penetrar em defeitos superficiais mais estreitos, como fóssulas ou fissuras oclusais, graças às propriedades físicas e químicas que lhe conferem ação capilar (Ultradent.com). Não se aclara, porém, o que lhe confere tais propriedades, particularmente a autolimitante.

De qualquer forma, em suma, deve-se sempre zelar pelo adequado estabelecimento de uma zona híbrida no esmalte, a fim de que a resistência de união na interface contraponha-se à de contração de polimerização dos materiais resinosos (Nakabayashi et al., 1982), variável entre 2 e 5% para os cimentos (Sakaguchi; Powers, 2012). Ademais, ainda se deve buscar por efetivo vedamento das margens da restauração, em longo prazo, e também proteger, quando aplicável, o elo mais vulnerável, a união à dentina, contra a degradação (Frankenberger; Tay, 2005).

No caso das restaurações indiretas, uma inadequada adaptação marginal pode culminar na dissolução do cimento, no aparecimento de microtrincas, no aumento da retenção de biofilme e até no favorecimento ao desenvolvimento de lesões de cárie adjacentes à restauração (Bindl; Mörmann, 2005).

Assim sendo, deve-se, sempre que possível, determinar todo o cavossusuperficial, de um preparo em esmalte, para que se favoreça a adesão ao substrato dentário e, por conseguinte, no caso de facetas indiretas, por exemplo, a distribuição de tensões pelo sistema esmalte-cimento-cerâmica (Della Bona, 2009). Limitar a profundidade do preparo todo ao esmalte, à propósito, aumenta significativamente o desempenho dos laminados cerâmicos, reduzindo a zero as taxas de falhas relacionadas a descimentação e microinfiltração (Gurel et al., 2012).

Diferentes espessuras de esmalte, entretanto, são encontradas nas diferentes regiões dos dentes, justificando a dificuldade em se atender às exigências de um

adequado preparo em concomitância à máxima preservação de estrutura dentária. Contrariamente aos terços médio e incisal, em que se encontra 0,8 mm e 1,5 a 2,0 mm de esmalte, justamente no terço cervical, próximo a junção amelocementária, tem-se esmalte em espessura de apenas cerca de 0,3 mm (Della Bona, 2009).

À parte disso, vale lembrar que – boa – união do cimento resinoso ao esmalte é fundamental ao sucesso dos laminados cerâmicos, particularmente ultrafinos, já que aquela entre cimento e porção interna da peça tende a ser altamente satisfatória, pois materiais vítreos, ácidos sensíveis, tais quais os à base de feldspato, leucita e dissilicato de lítio, são os geralmente utilizados (Awliya et al., 1998; Chen et al., 1998; Della Bona, 2009; Sakaguchi; Powers, 2012).

Decorre do tratamento interno das peças com ácido fluorídrico, uma modificação na fase vítrea, removendo-se os cristais, criando-se microrretenções e determinando-se alta energia livre de superfície (Horn, 1983; Addison et al., 2007; Salazar Marocho et al., 2011; Zogheib et al., 2011). Concentrações de ácido fluorídrico podem variar de 2,5% a 10%, e os tempos de aplicação, de 1 a 4 minutos. Sugere-se que em seguida seja feita a aplicação de silano, a fim de se melhorar a capacidade de molhamento do cimento resinoso e de se estabelecer ligações covalentes tanto com a superfície cerâmica, através de ligações siloxanas, como com o cimento resinoso, através da polimerização das ligações duplas de carbono (Sakaguchi; Powers, 2012). Acredita-se, inclusive, que a aplicação do agente de união silano, por ser hidrofóbico, reduza a degradação hidrolítica da união (Della Bona, 2009).

Mesmo no caso do uso das cerâmicas cristalinas, de alta resistência, como as aluminizadas e de zircônia infiltradas por vidro, as aluminizadas densamente sinterizadas e as do tipo Y-TZP (zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria) (Awliya et al., 1998; Della Bona, 2009), talvez para confecção de fragmentos a serem indicados para dentes posteriores (Blatz et al., 2018), tem-se bem contornado o desafio do estabelecimento de adequada interação entre elas e os cimentos resinosos (Kern; Thompson, 1994; Valandro et al., 2006; Khan et al., 2017). Recomenda-se, por exemplo, a abrasão da superfície interna da peça por jateamento com partículas de alumina de 110 µm e revestimento com sílica (silicatização) (Kern; Thompson, 1994; Valandro et al., 2006; Sakaguchi; Powers, 2012). Essa etapa tem a finalidade de criar uma camada irregular de sílica sobre a superfície da cerâmica por meio do impacto em alta velocidade de partículas de

alumina modificadas por sílica, que podem penetrar até 15 µm dentro do substrato (Della Bona, 2009). Posteriormente, deve-se utilizar um agente bifuncional silano para promover a união química com o sistema adesivo/cimento resinoso. Alternativamente, pode-se utilizar sistemas adesivos com *primer* para cerâmica, que contêm monômeros fosfatados, como o 10-metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP) (Della Bona, 2009).

Dado isso, volta-se a atenção a menor resistência de união estabelecida entre a interface esmalte e cimento resinoso quando comparado a interface estabelecida entre esmalte e cerâmica (Haralur, 2018).

2.3 DESCIMENTAÇÃO E OUTROS INSUCESSOS RELATIVOS A RESTAURAÇÕES INDIRETAS

Quanto à etapa de cimentação, é fundamental para prover retenção, selamento marginal e durabilidade às restaurações indiretas (Vargas et al., 2011; Stamatacos; Simon, 2013).

Desde a introdução da primeira coroa de porcelana livre de metal (Land, 1903), vários materiais vêm sendo utilizados para fixação de cerâmicas a dentes preparados. O uso dos materiais adesivos no contexto (Rochette, 1975), particularmente dos cimentos resinosos, permitiu que sua friabilidade e pouca, ou nenhuma, retenção friccional ao preparo fossem superadas pela formação de um sistema integrado, capaz de resistir aos estresses mastigatórios e, portanto, sagrar-se adequado para uso clínico (Della Bona, 2009).

Tais cimentos resinosos, a maioria por meio da aplicação de sistema adesivo como agente intermediário (cimentos resinosos convencionais) (Sakaguchi; Powers, 2012) e de pré-tratamento de um ou mais dos aderentes envolvidos na interface, têm a capacidade de se unir a diferentes substratos, como esmalte, dentina, cerâmicas em geral, metais e resina composta indireta (Ferracane et al., 2011). Ensejam, pois, às restaurações cerâmicas, alta resistência de união ao dente, altas resistências à tração e à compressão, e alto módulo flexural, bem como baixa solubilidade à linha de cimentação (Noort, 2007). Tudo isso é fundamental para minimizar as possibilidades de fraturas e defeitos, pigmentação e microinfiltração

marginais (Albert; El-Mowafy, 2004; Magne, 2005; Magne et al., 2007; Dennison; Sarrett, 2012) e mais, prevenir a descimentação, ainda que parcial, das peças durante a função mastigatória (Pace et al., 2007).

Analisando-se a morfologia da interface de facetas de porcelana aderidas à estrutura dentária, confirma-se a alta retenção desse conjunto, caracterizando-se um forte intertravamento mecânico do cimento nas microretenções das superfícies condicionadas (Peumans et al., 1999).

Especula-se, todavia, que a interface esmalte/cimento seja mais frágil do que a interface porcelana silanizada/cimento, mesmo diante de condicionamento ácido específico de ambos os substratos (Stangel et al., 1987; Stacey, 1993; Öztürk et al., 2013). Morfologicamente, *tags* de resina são observados com uma profundidade de aproximadamente 10 a 15 μm tanto na porcelana quanto no esmalte condicionados, mas os estabelecidos na primeira parecem mais calibrosos que os no segundo (Öztürk et al., 2013).

Além do mais, quando se submete um porcelana cimentada ao esmalte dentário, ambos devidamente condicionados e a primeira silanizada, a ensaio de cisalhamento, encontra-se 43% de falhas adesivas, justamente na interface cimento/esmalte, e todo o restante de coesivas (10% em esmalte, 14% em cimento resinoso e 33% em porcelana) (Stacey, 1993).

De qualquer sorte, os insucessos não têm se limitado a exceções (Della Bona, 2009). Walls et al. (2002), por exemplo, reportam, em curto e médio prazo, no que se refere a facetas laminadas, 0 a 5% de insucesso devido a descimentação ou fratura da cerâmica. Em avaliações longitudinais de 2 a 5 anos havia-se verificado, entretanto, taxas de 7 a 14% de insucesso (Christensen; Christensen, 1991; Dunne; Millar, 1993; Walls, 1995).

Notadamente, dentre as razões do insucesso, a perda de retenção se destaca (Della Bona, 2009), sendo apontada para 12,5% dos casos (Layton; Walton, 2007). Como derivação, advêm, ainda, a desadaptação marginal e todas as possíveis consequências (Della Bona, 2009).

Especificamente quando se fala de cimentos autoadesivos, então, alguns autores (De Munck et al., 2004; Hikita et al., 2007; Duarte et al., 2008; Lin et al., 2010; Sekhri et al., 2016) ainda mostraram que só se pode confiar em sua união ao esmalte quando de seu condicionamento, em passo isolado, com ácido fosfórico (Frankenberger et al., 2008; Tsujimoto et al., 2016). À parte da adesão por quelação,

envolvendo íons metálicos e grupos carboxílicos ou fosfato (Sakaguchi; Powers, 2012), aquela micromecânica far-se-ia essencial (De Munck et al., 2004; Hikita et al., 2007; Duarte et al., 2008; Rodrigues et al., 2015; Sekhri et al., 2016). Contrariamente, outros trabalhos mostraram que tal condicionamento não traz benefício algum (Azevedo et al., 2012; Peumans et al., 2013).

Parece que se pode supor, ora, que não o tenha sido feito da melhor maneira possível, tanto no que se refere à seleção do próprio ácido, de acordo com suas propriedades, quanto ao tempo, insuficiente ou demasiado longo, pelo qual se deixou que ele agisse (Chow; Brown, 1973; Gottlieb et al. 1982; Sadowsky et al., 1990; Wang; Lu, 1991).

Em qualquer dos contextos, uso de cimento convencional, associado a sistema adesivo como agente intermediário, ou de autoadesivo, no que toca ao condicionamento ácido prévio do esmalte, há que se ter em mente que mesmo que este se desenrole, em tese, como um fenômeno linear em profundidade, pode ser insuficiente ou, de um ponto em diante, vir a comprometer clinicamente a adesão ao substrato, culminando em falha precoce da interface adesiva (Wang; Lu, 1991).

Donde, e de toda a literatura revisada, justifica-se a proposição a seguir.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo *in vitro* é avaliar a resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional (por óbvio associado a aplicação prévia de sistema adesivo) e de um cimento resinoso *dual* autoadesivo ao esmalte bovino condicionado com um agente condicionante ácido fosfórico “tradicional” vs. um autolimitante, por tempos variados.

Como hipótese alternativa, pressupõe-se que os diferentes agentes comportar-se-ão de forma distinta, independentemente da associação com um ou outro cimento e particularmente quando permanecerem atuando por tempo inferior a 30 s e/ou superior a 60 s.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Este estudo *in vitro*, conduzido em sequência aleatória e de maneira cega, avaliou, imediatamente, a resistência de união (RU) de cimentos resinosos ao esmalte bovino considerando-se como fatores experimentais:

1) o tipo do cimento (em dois níveis: um fotopolimerizável convencional, associado a sistema adesivo - RXVen: Rely XTM Veneer[®]/Translúcido/3M ESPE, e um dual autoadesivo - RXU200: Rely XTM U200[®]/Translúcido/3M ESPE);

2) o agente ácido (fosfórico) para condicionamento do esmalte (em dois níveis: um “convencional” - CDG: Condicionador Dental Gel[®]/Dentsply/ , e um autolimitante - UE: Ultraetch[®]/Ultradent);

3) o tempo pelo qual o agente ácido permaneceu agindo sobre a superfície do esmalte (em quatro níveis: 15 s; 30 s; 60 s; 120 s).

À parte, para cada cimento, considerou-se, como controle (c), o não condicionamento ácido do esmalte.

A variável de resposta, quantitativa, constituiu-se em valores de RU ao microcisalhamento (μ SBS), em MPa, considerando-se cada dente como unidade experimental. O padrão de fratura de cada microcilindro foi determinado com o auxílio de um microscópio digital (60x de aumento).

4.2 AQUISIÇÃO, SECCIONAMENTO, PLANIFICAÇÃO E INCLUSÃO DOS DENTES BOVINOS

Diante da emissão de Certificado de Isenção de Análise (Protocolo no 018/2019, Anexo A) da Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOSUP), 240 incisivos bovinos, extraídos de exemplares abatidos de animais da espécie *Bos Taurus* (gado Nelore), adquiridos do Frigorífico Vangélio Mondelli Ltda. (Bauru, SP, Brasil), foram utilizados

para condução de testes piloto e eventos similares (60 dentes) e para a realização do estudo propriamente dito (180 dentes). Estes foram limpos com curetas periodontais e com mistura de pedra pomes e água, utilizando-se escova profilática com cerdas de náilon, em formato cônico, em baixa rotação, para remoção de todo e qualquer resíduo aderido à superfície (Figura 4.1). Foram, então, armazenados em temperatura de 4 °C em solução de timol a 0,1%, renovada periodicamente, onde ficaram imersos durante todo o período de preparo dos espécimes.

Figura 4.1 - Incisivo bovino (A) sendo limpo com cureta periodontal (B) e com mistura de pedra pomes e água, utilizando-se escova em forma de pincel, em baixa rotação (C)

Fonte: A autora

A região central e mais plana da porção coronária do dente, foi submetida à ação de lixa de carbetto de silício (SiC) de granulação #180 (Carbimet Paper Discs; Buehler Ltda., Lake Bluff/IL - EUA), em politriz metalográfica (Ecomet 3 Machine; Buehler Ltda., Lake Bluff/IL - EUA), com velocidade de 300 rpm e sob irrigação constante com água destilada (Figura 4.2 e Figura 4.3).

Figura 4.2 - Ação de lixa de carbeto de silício (SiC) de granulção #180 (A), em politriz metalográfica, sobre a região central e mais plana da porção coronária de cada dente (B)

Fonte: A autora

Figura 4.3 - Politriz metalográfica (Ecomet 3 Machine - Buehler Ltda.) (A), programada para atuar com velocidade de 300 rpm (B)

Fonte: A autora

Os dentes foram, então, fixados com cera pegajosa no centro de um dispositivo metálico que era acoplado a uma máquina de corte de precisão (Isomet Low Speed Saw; Buehler Ltda., Lake Buff, IL, EUA). Com o auxílio de um disco diamantado dupla face (Isomet 1000; Buehler Ltda., Lake Buff, IL, EUA) refrigerado com água destilada, a uma velocidade de 300 rpm, a porção radicular foi separada da coronária e esta última seccionada em fragmentos retangulares com área de aproximadamente 120 mm², utilizando-se máquina, disco de corte e velocidade já descritos (Figura 4.4, Figura 4.5, Figura 4.6 e Figura 4.7).

Figura 4.4 - Máquina de corte de precisão (Isomet Low Speed Saw - Buehler Ltda.) (A), programada para atuar com velocidade de 300 rpm (B)

Fonte: A autora

Figura 4.5 - Disco diamantado dupla face (Isomet 1000; Buehler Ltda.) (A) a ser utilizado para separar a porção radicular da coronária, e seccionar esta última em um fragmento retangular, após devida fixação de cada dente com cera pegajosa no centro de um dispositivo metálico específico

Fonte: A autora

Figura 4.6 - Separação, por meio de seccionamento (A), das porções radicular e coronária de cada dente (B)

Fonte: A autora

Figura 4.7 – Seccionamento da porção coronária (A) em fragmento retangular com área de aproximadamente 120 mm² (B)

Fonte: A autora

Os fragmentos foram individualmente embutidos em cilindros (15 mm de altura e 20 mm de diâmetro) obtidos de tubos de policloreto de vinila (PVC 1/2"; Tigre S.A. Tubos e Conexões, Joinvile/SC - Brasil), utilizando-se resina acrílica autopolimerizável incolor (Resina acrílica Jet - Acrílico Autopolimerizante® - Artigos Odontológicos Clássico Ltda., Mogi Mirim/SP - Brasil). Para posicionamento e estabilização dos fragmentos com a porção de esmalte planificado no topo e centro dos cilindros, utilizou-se placa de vidro (Jon Indústria de Produtos Odontológicos Ltda., São Paulo/SP - Brasil) e fita adesiva dupla face (Adelbras Indústria e Comércio de Adesivos Ltda., Vinhedo/SP - Brasil) (Figura 4.8).

Figura 4.8 - Fragmentos sendo individualmente embutidos em cilindros (15 mm de altura e 20 mm de diâmetro) obtidos de tubos de policloreto de vinila (PVC 1/2") (A), utilizando-se resina acrílica autopolimerizável incolor (B)

Fonte: A autora

4.3 PADRONIZAÇÃO DA *SMEAR LAYER* SOBRE O ESMALTE

Após a inclusão, a superfície de interesse foi novamente submetida à ação de lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação #180, na politriz metalográfica (velocidade de 300 rpm e irrigação constante com água destilada). Na sequência, após lavagem abundante com jato de ar-água da seringa tríplice, utilizou-se, por 60 s, lixa de granulação #600 e velocidade de 100 rpm, para padronizar a *smear layer* sobre o esmalte (Abed Kahnemooyi et al., 2014; Halabi et al., 2019) (Figura 4.9).

Figura 4.9 - Ação de lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação #180, na poltriz metalográfica (A), e sequencialmente a lavagem abundante com jato de ar-água (B), uso, por 60 s, de lixa de granulação #600 e velocidade de 100 rpm (C), para padronizar a *smear layer* sobre o esmalte (D)

Fonte: A autora

4.4 DETERMINAÇÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

Verificou-se, daí, se não houve dentina exposta, por meio de inspeção visual, sem magnificação, e tratou-se cada grupo de espécimes conforme condições relacionadas a cada nível de cada fator em estudo, e respectivas condições controle (Quadro 4.1).

Quadro 4.1 – Grupos experimentais

Grupo (n = 10)	Cimento	Agente condicionador ácido (fosfórico)	Tempo de ação
RXVen.c	Rely X™ Veneer®/ 3M ESPE	Nenhum	0 s: controle
RXVen.CDG.15		Condicionador Dental Gel®/Dentsply	15 s
RXVen.CDG.30			30 s
RXVen.CDG.60			60 s
RXVen.CDG.120			120 s
RXVen.UE.15		Ultraetch®/ Ultradent	15 s
RXVen.UE.30			30 s
RXVen.UE.60			60 s
RXVen.UE.120			120 s
RXU200.c	Rely X™ U200®/ 3M ESPE	Nenhum	0 s: controle
RXU200.CDG.15		Condicionador Dental Gel®/Dentsply	15 s
RXU200.CDG.30			30 s
RXU200.CDG.60			60 s
RXU200.CDG.120			120 s
RXU200.UE.15		Ultraetch®/ Ultradent	15 s
RXU200.UE.30			30 s
RXU200.UE.60			60 s
RXU200.UE.120			120 s

Fonte: A autora

Os seguintes materiais, descritos conforme informações técnicas e especificações disponibilizadas por cada fabricante, foram os utilizados para confecção dos espécimes (Quadro 4.2).

Quadro 4.2 - Materiais utilizados para confecção dos espécimes: conteúdo, referência e lote, características e composição química

Produto (Fabricante)	CONTEÚDO/ REF/LOT/VAL	Características	Composição Química
RelyX™ Veneer® (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)	CONTEÚDO: 3g REF: 8714TR LOT: N970995 VAL: 28/06/2020	Cimento resinoso fotoativado	Cerâmica silanizada tratada (55 – 65%), Dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (10 – 20%), Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA) (10 – 20%), Sílica tratada de silano (10 – 20%)
RelyX™ U200® (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)	CONTEÚDO: 11g REF: 4400018764901 LOT: 4797445 VAL: 30/06/2020	Cimento resinoso autoadesivo de polimerização <i>dual</i>	- Pasta base: Pó de vidro, superfície modificada com 2-propenóico, 2 metil-3- (trimetoxissilil) propílico, material a granel, Dimetacrilato substituída, 1,12- Dodecano dimetacrilato, 2,4,6(1H,3H,5H)Pirimidinetriona, 5-fenil- 1(fenilmetil) sal de cálcio, Sílica tratada de silano, P-Toluenosulfonato de sódio, Ácido 2-propanóico, 2-metil[(3- metoxipropil)imino]di-2,1-etanodiil éster, Hidróxido de cálcio, 2,6-Di-terc-butil-p- cresol - Pasta catalisadora: Ácido 2- Propenóico, 2-Metil-, 2-[(2-Hidroxietil)(3- Metoxipropil)Amino]Etil Éster, Dióxido de titânio
Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)	- Primer: CONTEÚDO: 8ml REF: 3008 LOT: N887579 VAL: 05/2020 - Bond: CONTEÚDO: 8 ml REF: 7543 LOT: N928619 VAL: 09/2020	Sistema adesivo fotopolimerizável (Primer +Bond)	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA) (60 – 70%), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) (30 – 40%), (< 0.5%)

Continuação

Produto (Fabricante)	CONTEÚDO/ REF/LOT/VAL	Características	Composição Química
Condicionador Dental Gel (Dentsply, New York, Pennsylvania, USA)	CONTEÚDO: 3ml REF: 06217620000 LOT: 332931J VAL:04/2020	Solução de ácido fosfórico a 37% em forma de gel, tamponada com óxido de zinco para um pH de 0,2	Ácido Fosfórico; Surfactante; Aerosil 200; Água deionizada e Pigmento.
Ultra-Etch™ (Corporation, Ultradent, South Jordan, UT)	CONTEÚDO: 30ml REF: 383 LOT: BG3QH VAL: 31/08/2022	Solução de ácido fosfórico a 35% em forma de gel auto-limitante em profundidade de condicionamento	Ácido fosfórico (< 40%), Dimeticona (< 1%)

Fonte: A autora

4.5 CONDICIONAMENTO ÁCIDO

Após a padronização da *smear layer*, as superfícies de esmalte foram, ou não (controle), condicionadas, conforme grupo experimental, com um agente ácido fosfórico “tradicional” (CDG: Condicionador Dental Gel®/Dentsply) ou com um autolimitante (UE: Ultraetch®/Ultradent), por 15, 30, 60 ou 120 s. O ácido foi aplicado, com ponta aplicadora específica do respectivo fabricante, diretamente sobre a superfície do esmalte, sem contato (Figura 4.10), após se verificar, sobre gaze estéril, o livre fluxo do material. Decorrido o tempo de ação, também de acordo com cada grupo experimental, a superfície foi lavada abundantemente com jato de ar-água, da seringa tríplice, por 30 s, e seca com jato de ar livre de água/óleo, por 5 s, mantendo-se sempre distância de aproximadamente 1 cm da superfície (Figura 4.11).

Figura 4.10 - Aplicação de cada ácido fosfórico com ponta aplicadora específica do respectivo fabricante, diretamente sobre a superfície do esmalte (A), e ação por tempo determinado por cada condição experimental (B)

Fonte: A autora

Figura 4.11 - Lavagem abundante da superfície com jato de ar-água da seringa tríplice por 30 s (A) e secagem com jato de ar livre de água/óleo por 5 s com distância aproximada de 1 cm (B)

Fonte: A autora

4.6 CONFECÇÃO DOS MICROCILINDROS DE CIMENTO

Para este estudo confeccionou-se, sobre a superfície de esmalte, devidamente tratada, de cada espécime, três microcilindros de cimento. Conforme sistematizado por Shimaoka et al. (2011), orifícios circulares com 1 mm de diâmetro foram feitos, com auxílio de um perfurador de Ainsworth, em um fragmento de fita

dupla face ácido-resistente (Adelbras Indústria e Comércio de Adesivos Ltda., Vinhedo/SP - Brasil), e esta foi fixada sobre o esmalte (Figura 4.12).

Figura 4.12 - Confeção de três orifícios circulares com 1 mm de diâmetro, com auxílio de um perfurador de Ainsworth (A) e posicionamento do fragmento de fita dupla face ácido-resistente sobre a superfície de esmalte (B)

Fonte: A autora

Nas janelas de esmalte exposto, somente nos espécimes em que o cimento fotopolimerizável convencional (RXVen: Rely X™ Veneer®/3M ESPE) seria utilizado aplicou-se, então, um sistema adesivo do tipo condicione e lave de 3 passos (Adper™ Scotchbond™ Multiuso®/3M ESPE), conforme recomendações do fabricante: com micropincel (Cavibrush Extra-fino; FGM, Joinville/SC - Brasil), o *primer* de forma passiva, em uma fina camada, associando-se leve jato de ar (5 s) para facilitação da evaporação do solvente (até a superfície parecer brilhante, e o *bond*, também de forma passiva e em fina camada, seguindo-se com fotoativação (Radii-cal, SDI, Bayswater/Vitoria – Austrália; 794,7 mW/cm² de exitância média, a partir de cinco medições com uma esfera integradora acoplada a um espectrômetro [MSC 15-W, Gigahertz-Optik] e considerando-se uma área de 6,9 mm de emissão de luz) por 10 s (Figura 4.13) Os espécimes em que o cimento *dual* autoadesivo (RXU200: Rely X™ U200®/3M ESPE) seria utilizado, não receberam a aplicação do sistema adesivo e foram diretamente conduzidos para a etapa subsequente do trabalho.

Figura 4.13 - Aplicação nas janelas de esmalte exposto, somente nos espécimes em que o cimento fotopolimerizável convencional seria utilizado, do *primer* de um sistema adesivo do tipo condicione e lave de 3 passos, de forma passiva (A), e após facilitação da evaporação do solvente, aplicação do *bond*, também de forma passiva e em fina camada (B), seguindo-se com fotoativação por 10 s (C)

Fonte: A autora

Depois da remoção da película protetora da fita dupla-face, foram posicionados, sobre tal fita, cilindros obtidos de tubos de silicone puro atóxico (Tubo 140 1,00 x 2,20 mm; Perfiltécnica Perfis Técnicos de Borracha Ltda., Salto/SP-Brasil), com 1,0 mm de altura e 1,0 mm de diâmetro interno, coincidente com o dos orifícios confeccionados na fita, a fim de que servissem de matriz para confecção dos microcilindros de cimento (Figura 4.14 e Figura 4.15).

O cimento Rely XTM Veneer[®], apresentado em bisnaga única, foi diretamente inserido no interior dos cilindros, da base até o topo, utilizando-se um instrumento manual do tipo calcador de Paiva nº 1 (ICE – Instrumentos Cirúrgicos Esmeralda Ltda., Cajamar/SP- Brasil). Logo após, acomodou-se sobre o topo dos cilindros uma tira de poliéster (FAVA – São Paulo /SP – Brasil), e uma lâmina de vidro (Precision, Cral Artigos para Laboratório Ltda, Cotia/SP – Brasil) recoberta por fita isolante preta (Scotch, 3M ESPE), com um orifício a permitir a passagem da luz do aparelho fotoativador apenas nessa área. Extravasado o material em excesso e minimizada a formação de bolhas dentro do cilindro (Figura 4.16), procedeu-se à fotoativação (Radii-cal, SDI, Bayswater/Vitoria - Austrália), com a ponteira do aparelho centralizada sobre o cilindro e o mais próximo possível de seu topo, pelos 30 s recomendados pelo fabricante (Figura 4.17).

Figura 4.14 - Obtenção dos cilindros (1,0 mm de altura e 1,0 mm de diâmetro interno) a serem utilizados como matriz para confecção dos microcilindros de cimento (A), a partir de tubo de silicone puro atóxico (B), utilizando-se dispositivo padronizado para seccionamento do tubo (C) e lâmina de estilete (D)

Fonte: A autora

Figura 4.15 - Remoção da película protetora e exposição da porção aderente da fita adesiva dupla-face (A) e detalhe do posicionamento de um cilindro sobre tal fita (B)

Fonte: A autora

Figura 4.16 - Inserção do cimento no interior do cilindro, utilizando-se um instrumento manual do tipo calcador de Paiva nº1 (A), e colocação de tira de poliéster (B) e de lâmina de vidro recoberta de fita isolante preta (C) sobre seu topo, para extravasamento de material em excesso e minimização da formação de bolhas no interior do cimento

Fonte: A autora

Figura 4.17 - Através de um orifício confeccionado na fita isolante (A), a fim de permitir a passagem da luz, fotoativação com a ponteira do aparelho centralizada sobre o cilindro e o mais próximo possível de seu topo, por 30 s (B)

Fonte: A autora

Já o cimento Rely XTM U200[®], apresentado na forma de duas pastas, em bisnaga do tipo *clicker*, foi dispensado sobre bloco de papel fornecido pelo fabricante e espatulado com auxílio de espátula plástica para Ionômero Flexível nº142 (Jon Indústria e Comércio de Produtos Odontológicos Ltda; São Paulo/SP-Brasil), por 20 segundos e até homogeneidade (Figura 4.18). Foi, daí, em similaridade ao cimento antes utilizado, inserido no interior dos cilindros com auxílio de um instrumento manual do tipo calcador de Paiva nº 1 (ICE – Instrumentos Cirúrgicos Esmeralda Ltda., Cajamar/SP-Brasil) e, após sobreposição de tira de poliéster e placa de vidro revestida por fita isolante e com orifício, submetido a fotoativação pelos 20 s recomendados pelo fabricante.

Figura 4.18 – Cimento em bisnaga do tipo *clicker* dispensado sobre bloco de papel (A) e espatulação com auxílio de espátula plástica para Ionômero Flexível nº142 (B)

Fonte: A autora

Os espécimes foram armazenados em água destilada, à temperatura de 37° C, por 1 hora. Decorrido este período, os tubos de silicone foram removidos com auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15 C (Advantive - Wuxi Xinda Medical Device Co, Ltda - China) (Figura 4.19), e a interface adesiva analisada com auxílio de lupa estereoscópica com aumento padronizado de 60x, a fim de que as que contivessem bolhas ou outros defeitos fossem excluídas do trabalho.

Figura 4.19 – Remoção dos tubos de silicone com auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15 C (A) e (B) e remoção da fita dupla-face (C)

Fonte: A autora

4.7 ENSAIOS DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO

Após novo armazenamento em água destilada (37 °C), por 24 horas, os espécimes foram adaptados a dispositivo próprio para ensaio de microcissalhamento, fixado à máquina de testes universal Instron 5942 (Instron Industrial Products, Grove City/PA - EUA). Um fio de aço de 0,25 mm de diâmetro foi conformado a fim de que uma alça envolvesse a projeção da célula de carga (50 Kgf) e a outra, um microcilindro de cimento, em contato com a superfície de esmalte e, pois, o mais próximo possível da interface adesiva (Figura 4.20). Exerceu-se, então, microcissalhamento (μ SBS), aplicando-se força (célula de carga de 50 kgf) paralelamente à interface adesiva, a uma velocidade de 1,0 mm/min, até sua falha.

Figura 4.20 - Espécime adaptado a dispositivo próprio para ensaio de microcissalhamento, fixado à máquina de testes universal Instron 5942 (A), e fio de aço de 0,25 mm de diâmetro envolvendo um microcilindro de cimento, em contato com a superfície de esmalte e, pois, o mais próximo possível da interface adesiva (B)

Fonte: A autora

A tensão necessária para causar falha da interface adesiva foi determinada pela razão entre a carga (kgf) máxima e a área dessa interface, em cm^2 . Os valores obtidos foram convertidos em MPa.

Ambas as superfícies antes constituintes da interface adesiva foram analisadas com o auxílio de um microscópio digital (Dino-Lite Digital Microscope[®]; AnMo Electronics Corp., New Taipei City/San-Chung District - Taiwan), com 60x de aumento, em conjunto com software correspondente (DinoCapture 2.0[®] - versão 1.3.9; AnMo Electronics Corp., New Taipei City/San-Chung District - Taiwan) (Figura 4.21) para determinação do padrão de fratura (adesiva-A: rompimento na interface adesivo/cimento e esmalte, coesiva em esmalte-CE: rompimento exclusivamente em esmalte, coesiva em cimento-CC: rompimento exclusivamente em cimento, mista-M: combinação dos rompimentos antes descritos) (Figura 4.22).

Figura 4.21 - Microscópio digital (Dino-Lite Digital Microscope[®]; AnMo Electronics Corp.) em conjunto com software correspondente (DinoCapture 2.0[®] - versão 1.3.9; AnMo Electronics Corp.) (A) para análise das superfícies dantes constituintes da interface adesiva, com 60x de aumento (B)

Fonte: A autora

Figura 4.22 - Determinação do padrão de fratura por meio da obtenção de imagens de microscópio digital: falhas adesiva-A (A), mista-M (B), coesiva em esmalte-CE (C) e coesiva em cimento-CC (D)

Fonte: A autora

4.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Considerando-se como fatores experimentais o tipo do cimento (em dois níveis), o agente ácido para condicionamento do esmalte (em dois níveis), e o tempo pelo qual este permaneceu agindo (em quatro níveis), analisou-se estatisticamente os dados obtidos (RU em MPa) por meio de Análise de Variância a 3 critérios e teste de Tukey.

Para comparar cada um dos grupos experimentais, individualmente, com os controles, de início analisou-se a normalidade e a homogeneidade da distribuição dos dados por meio dos testes de Shapiro-Wilk e de Levene, respectivamente. Como se constatou que tal distribuição fora normal ($p = 0,137$), mas não homogênea ($p < 0,050$), empregou-se, então, análise de Kruskal-Wallis e teste de Tukey.

Em todos, o programa estatístico utilizado foi o SigmaPlot™ 13 (Systat Software, Inc., San Jose/CA - EUA), e o nível de significância adotado, de 5%.

5 RESULTADOS

No que se refere à análise fatorial, pôde-se observar que exerceram influência significativa sobre os resultados tanto o tipo de cimento ($p = 0,000038$), como o agente ácido para condicionamento do esmalte ($p = 0,000217$), mas não o tempo pelo qual este permaneceu agindo ($p = 0,241$). Ademais, não houve qualquer interação entre os fatores (Cimento*Ácido $p = 0,092$; Cimento*Tempo $p = 0,668$; Ácido*Tempo $p = 0,306$; Cimento*Ácido*Tempo $p = 0,371$) (Gráfico 5.1).

Gráfico 5.1 - Valores médios $\pm$ desvio padrão de resistência de união (MPa) ao esmalte bovino em função do tipo do cimento utilizado (convencional/RXVen: Rely XTM Veneer®, autoadesivo/RXU200: Rely XTM U200®), do agente ácido (fosfórico) para condicionamento do esmalte (tradicional/CDG: Condicionador Dental Gel®, autolimitante/UE: Ultraetch®), e do tempo pelo qual este permaneceu agindo (15 s, 30 s, 60 s, 120 s)*

Fonte: A autora

*Diferentes letras maiúsculas indicam diferença estatisticamente significativa para o fator cimento; diferentes letras minúsculas, para o fator ácido; e diferentes símbolos, para o fator tempo.

Independentemente do cimento utilizado e do tempo pelo qual foi aplicado, o condicionamento com o ácido tradicional sempre implicou maiores valores de RU que aquele com o ácido autolimitante. Também independentemente do ácido aplicado, e do tempo pelo qual este permaneceu agindo, o uso do cimento *dual* autoadesivo sempre acarretou maiores valores de RU que o fotopolimerizável convencional. A despeito, ainda, do cimento ou do ácido utilizados, o tempo pelo qual este último permaneceu agindo não exerceu influência significativa sobre os resultados.

Na comparação de cada um dos grupos experimentais, inclusive controles, individualmente, detectou-se diferença estatisticamente significativa entre eles ($p < 0,001$) (Gráfico 5.2).

Gráfico 5.2 - Primeiro quartil, mediana, terceiro quartil e seus respectivos limites inferior e superior de resistência de união (MPa) ao esmalte bovino considerando-se, à parte do tipo do cimento utilizado (convencional/RXVen: Rely XTM Veneer®, autoadesivo/RXU200: Rely XTM U200®), do agente ácido (fosfórico) para condicionamento do esmalte (tradicional/CDG: Condicionador Dental Gel®, autolimitante/UE: Ultraetch®), e do tempo pelo qual este permaneceu agindo (15 s, 30 s, 60 s, 120 s), o não condicionamento ácido do esmalte como controle (c)*

Fonte: A autora

*Diferentes letras maiúsculas indicam diferença estatisticamente significativa entre os grupos experimentais.

Comparativamente ao não condicionamento, aquele com qualquer dos ácidos e por qualquer dos tempos sempre favoreceu a RU de ambos os cimentos ao

esmalte. Melhor cenário revelou-se quando da combinação de condicionamento com o ácido tradicional, por 30 s, e utilização do cimento autoadesivo.

Quanto à determinação do padrão de fratura dos microcilindros testados, pôde-se observar que as falhas adesivas e mistas foram predominantes em relação às coesivas, independentemente se em esmalte ou em cimento. Maiores porcentagens de falhas coesivas, especialmente em esmalte, ainda puderam ser verificadas quando do condicionamento com o ácido tradicional, por 15 ou 30 s, e uso do cimento autoadesivo (Gráfico 5.3).

Gráfico 5.3 - Percentual (%) de falhas do tipo adesiva (A), mista (M), coesiva em esmalte (CE) ou coesiva em cimento (CC) para cada um dos grupos experimentais

Fonte: A autora

6 DISCUSSÃO

De fato se mostra, uma vez mais, o condicionamento ácido do esmalte, como passo operatório isolado, crucial para sua boa interação com materiais resinosos (Buonocore, 1955; Swanson; Beck, 1960; Retief, 1973; Duarte et al., 2008; Federlin et al., 2014; Mavreas et al., 2018; Shafiei et al., 2019), particularmente, aqui, cimentantes. Ainda que os compósitos, indicados para as mais diversas finalidades, ora mais ora menos viscosos, contendo monômeros acídicos e/ou funcionais em tese o dispensem, a efetividade da adesão desses ao esmalte é favorecida por sua realização em grande parte dos estudos (Frankenberger et al., 2008; Tsujimoto et al., 2016; Tsuchiya et al., 2016).

Avaliando o mesmo cimento autoadesivo aqui aplicado, mas por meio de resistência de união à tração, Sekhri et al. (2016) observaram que o tratamento superficial do esmalte aumentou consideravelmente tais valores. Em contexto similar (cisalhamento) ao considerado pelo presente estudo (microcisalhamento), Rodrigues et al. (2015) chegaram a essa mesma conclusão: só quando do condicionamento com ácido fosfórico a 37%, previamente à utilização de dois diferentes cimentos autoadesivos, é que os valores de resistência de união ao esmalte tornaram-se mais que correspondentes, superiores na verdade, aos obtidos para um cimento convencional, utilizado após condicionamento e aplicação de sistema adesivo. Imagens de microscopia eletrônica de varredura revelaram, nitidamente, maior interação entre os cimentos autoadesivos e o esmalte quando este fora condicionado de antemão.

Há tempos se sopesa, por outro lado, que para se determinar boa adesão ao esmalte, talvez tão importante quanto a profundidade de penetração dos monômeros/polímeros resinosos no substrato, sejam o aumento da energia livre de superfície e da porosidade que o condicionamento, como manobra prévia, proporciona (Busscher et al., 1987; Legler et al., 1990).

Oportunamente, dê-se crédito aos valores todos de resistência de união aqui obtidos, já que as falhas adesivas, exclusivas para os grupos controle, e as adesivas e/ou mistas, de forma geral, foram sempre as majoritariamente observadas (Braga et al., 2010).

Com relação ao tempo de ação, não exerceu influência positiva ou negativa, nem para um, nem para o outro ácido estudado, na resistência de união de qualquer

dos cimentos ao esmalte. Dessa forma, parece não se justificar preocupação com possíveis efeitos adversos de seu sobrecondicionamento, tampouco se despende demasiado tempo clínico na realização de seu condicionamento.

Originalmente, propôs-se que o condicionamento do esmalte fosse feito com ácido fosfórico em concentração de 85%, pelo tempo de 30 s (Buonocore, 1955). O protocolo para adesão ao esmalte que passou a ser efetivamente utilizado, porém, propunha o uso de concentrações entre 30 e 50%, por um tempo de 60 s, de modo que se obtivesse alterações morfológicas dos prismas de esmalte (Gwinnett; Buonocore; 1965; Cueto; Buonocore, 1967; Silverstone, 1974).

A literatura começou, então, a evidenciar que não haveria diferença na adesão ao esmalte se se reduzisse o tempo de condicionamento com ácido fosfórico – tradicional, a 37% – de 60 para 15 (Sandowsky et al., 1990), ou 15 a 20 s (Gwinnett, 1992). Para mais, mostrou, no mesmo contexto, não se haver diferença entre os tempos de 15, 30, 60 ou 90 s (Wang; Lu, 1991).

Bem mais recentemente, uma revisão sistemática revelou que, na realidade, o condicionamento do esmalte processa-se na maioria dos casos por meio do uso de ácido fosfórico em concentrações variando de 30 a 40%, por tempo entre 15 e 30 s, e que tempos menores que 60 s podem mesmo produzir resultados similares na adesão ao esmalte (Zhu et al., 2014). Além disso, salientou que o padrão ideal de condicionamento proposto por Silverstone (Silverstone et al., 1975) em seus experimentos laboratoriais parece não ser relevante do ponto de vista clínico (Zhu et al., 2014).

Dessa forma, há que se admitir que mesmo que o condicionamento com ácido fosfórico a 37% produza alterações na superfície do esmalte em poucos segundos (Zafar; Ahmed, 2015), tais alterações parecem não ter relação direta com os valores de resistência de união de materiais resinosos a este substrato, tampouco com o desempenho clínico decorrente. Há um bom tempo já se cogitava que as alterações na rugosidade de superfície do esmalte condicionado poderiam não implicar diferenças significativas na resistência de união ao mesmo (Legler et al., 1989).

Assim, talvez seja ideal adotar um tempo de 15 s para condicionamento ácido do esmalte, já que, com isso, além de se atingir valores aceitáveis de resistência de união, preserva-se estrutura dentária e economiza-se tempo de tratamento (Barkmeier et al., 1985; Kinch et al., 1989; Wang; Lu, 1991; Anusavice, 2005). Sem

contar que há muito se acredita que tempos de condicionamento superiores a 120 s podem ser capazes de alterar o padrão de superfície do esmalte a ponto de a infiltração da resina ter menor profundidade que a atingida quando do condicionamento por tempos menores (Silverstone et al., 1975). Já se verificou, aliás, que 120 s implicaram valores reduzidos de resistência de união ao esmalte e, pois, sobrecondicionamento (Wang; Lu, 1991). O equivalente aconteceu, há pouquíssimo tempo, mesmo para 90 s de condicionamento do esmalte, inclusive diante da utilização de um agente dito autolimitante (Peterson et al., 2016).

Nessa seara, por sinal, o presente trabalho verificou que o uso do agente ácido tradicional mostrou resultados superiores àquele do uso do agente ácido autolimitante. Porventura não se justifique privilegiar este último tipo de material, que além de tudo tem custo mais elevado que sua contrapartida.

Já se havia sugerido, quando da comparação de dois tipos de agentes ácido fosfórico, um tradicional e outro autolimitante, por tempos variados, que este último não tem comportamento condizente com sua designação (Peterson et al., 2016).

Fatidicamente, em análise de microscopia confocal, a profundidade de condicionamento em esmalte utilizando-se ácido fosfórico autolimitante fora menor que aquela decorrente do uso de um ácido tradicional (Wilson et al., 2017). Supõe-se que, essa menor profundidade de condicionamento possa ser responsável pelos menores valores de resistência de união encontrados no presente estudo, visto que a profundidade de penetração idealmente recomendada é de 5 a 50 μm (Gwinnett, 1971). Todavia, ambos tiveram sua ação interrompida após 30 s, ou seja, os tempos de 60, 90 e 120 s não ensejam maior profundidade de condicionamento, independentemente do ácido utilizado, autolimitante ou não.

Esse resultado suporta a teoria de que todo ácido, mesmo que tradicional, tem ação autolimitante ao longo do tempo, o que se deve ao próprio conteúdo de cálcio do esmalte, que é liberado com a desmineralização e passa a servir como um tampão para a reação, capaz de resistir a mudanças na concentração de íons hidrogênio (Driessens; Verbeeck, 1990). Daí que não seja necessário contar com um produto com alegada – já que, ao que parece, não se divulga razão para tal – capacidade específica.

Outra possível explicação para os menores valores de resistência de união diante da utilização do ácido autolimitante é a, ainda que discreta, menor concentração (35%) desse agente, comparativamente à do tradicional (37%)

(Soetopo et al., 1978; Gottlieb et al., 1982; Zidam; Hill, 1986; Legler et al., 1990; Carstensen, 1992). Destaque-se, ademais, muito despretensiosamente, a presença de dimeticona (< 1%) no veículo de carreamento do ácido autolimitante, comparativamente à de surfactante não especificado e de sílica pirogênica hidrofílica (Aerosil® 200) no tradicional, ainda que ambos sejam géis.

O fato de se utilizar via de regra o ácido fosfórico na forma gel, por si só já é interessante, já que, de prima, se favorece a distribuição em áreas limitadas do esmalte (Brännström et al., 1978). A viscosidade do gel faz com que o produto tenha ação na superfície e que haja um gradiente de solubilidade do esmalte dentário em profundidade (Driessens, 1982); ora esta é limitada pela ação tampão do próprio esmalte (Driessens; Verbeeck, 1990).

Daí que inicialmente se tenha sugerido que géis de ácido fosfórico de alta viscosidade produzem menor efeito de condicionamento (Sheykholeslam; Brandt, 1977), embora não se tenha encontrado diferenças na superfície de esmalte diante do uso desses agentes, com diferentes viscosidades (Brännström et al., 1978).

De qualquer maneira, um exemplar de baixa viscosidade mostrou-se capaz de produzir um padrão de condicionamento mais uniforme e mais bem definido do que um de alta viscosidade (Guba et al., 1994). A formulação em gel, através da adição de sílica coloidal e de outras esferas poliméricas ao ácido, tem a finalidade de permitir a precisa colocação sobre uma determinada área de aplicação (Myers et al., 1994; Anusavice, 2005). Porém, um gel muito espesso, aumenta o risco de incorporação de bolhas de ar na interface durante sua colocação sobre a superfície dentária, levando a maior risco de presença de regiões não condicionadas (Anusavice, 2005).

Extrapolando-se, talvez essa também seja justificativa para explicar os maiores valores de resistência de união, ao esmalte, desde que condicionado, independentemente se com um agente tradicional, do cimento resinoso - *dual* - autoadesivo, comparativamente ao convencional – fotopolimerizável. Para além da interação, química inclusive (monômeros funcionais), do próprio cimento com o esmalte, o condicionamento deve ter favorecido o molhamento de sua superfície e, por conseguinte, maior interação adesivo-aderente nesta interface (Anusavice, 2005; Sakaguchi; Powers, 2012).

Via de regra, se utilizados exatamente como propostos, cimentos resinosos autoadesivos relacionam-se a resultados inferiores de resistência de união ao

esmalte em relação aos convencionais (Abo-Hamar et al., 2005; Lührs et al., 2010). Quanto muito, esses valores podem ser até estatisticamente similares entre si (RU ao cisalhamento, não microcisalhamento: cimento convencional - 9,96 MPa; cimento autoadesivo - 5,29 MPa) (Rodrigues et al., 2015). Só se tornam superiores (17,52 MPa), entretanto, justamente quando do condicionamento ácido prévio do esmalte (Rodrigues et al., 2015).

De fato, melhor adesão ao esmalte tem sido obtida diante de seu condicionamento ácido seletivo previamente ao uso de cimentos resinosos autoadesivos (De Munck et al., 2004; Hikita et al., 2007; Duarte et al., 2008; Lin et al., 2010; Sekhri et al., 2016).

Materiais, que não só cimentos resinosos, mas com características autocondicionantes/autoadesivas possuem, comparativamente ao ácido fosfórico, maiores valores de pH, o que se relaciona a desmineralização, e impregnação, mais superficial do esmalte (Pashley; Tay, 2001; Perdigão; Geraldeli, 2003). Por isso, para favorecer a capacidade de adesão dos mesmos, sugere-se a utilização do ácido fosfórico como passo separado, comprovadamente eficaz, pelos resultados aqui obtidos, e, antes, a instrumentação do esmalte para remoção da camada superficial, aprismática (Kanemura et al., 1999; Van Meerbeek et al., 2003). Aí resta mais uma explicação para o comportamento superior, no presente estudo, do cimento autoadesivo comparado àquele do convencional: antes do condicionamento, o esmalte fora preparado por abrasão em politriz metalográfica e padronizado quanto à presença de *smear layer* sobre sua superfície.

Mesmo sistemas adesivos, autocondicionantes, funcionam melhor no esmalte preparado (de 10,0 a 20,4 MPa) do que em esmalte sem preparo (0,08 a 16,7MPa), ainda que isso não os faça similar aos do tipo condicione e lave, independentemente se aplicados em esmalte preparado (31,5 MPa) ou não (34,9 MPa) (Perdigão; Geraldeli, 2003).

À propósito, no tangente aos cimentos resinosos autoadesivos, não só o condicionamento ácido prévio, com um agente tradicional, mas também a subsequente aplicação de um agente intermediário, um sistema adesivo, comparativamente à utilização de um ou de outro individualmente, favorece ainda mais sua interação com o esmalte dentário (Lin et al., 2010; Sekhri et al., 2016). Suscite, daqui, a curiosidade para potencial estudo dessa combinação quando da opção por um condicionador ácido autolimitante.

7 CONCLUSÕES

Dentro das indicações de cada um dos cimentos utilizados no presente estudo, o autoadesivo, desde que associado a condicionamento ácido prévio, pode relacionar-se a melhor adesão ao esmalte. Ademais, o sobrecondicionamento desse substrato não deve ser motivo de grande preocupação. Nesse sentido, pode ser melhor optar por um ácido tradicional, ao invés de um autolimitante, independentemente do tempo que se determinar para sua ação.

Aceita-se, pois, parcialmente a hipótese alternativa proposta, já que, de fato, os diferentes agentes comportaram-se de forma distinta (o tradicional, sempre melhor que o autolimitante), independentemente da associação com um ou outro cimento, ainda que o autoadesivo, se associado a condicionamento ácido prévio, tenha implicado melhores resultados. Pelo contrário, o comportamento de cada um e de ambos os agentes ácidos estudados não foi influenciado pelo tempo em que permaneceram atuando.

REFERÊNCIAS¹

Abed Kahnemooyi M, Ajami AA, Kimyai S, Pournaghiazar F, Savadi Oskoe S, Mhammedi Torkani MA. Effect of sodium ascorbate and delayed bonding on the bond strength of silorane and two-step self-etch adhesive systems in bleached enamel. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects*. 2014 Fall;8(4):210-7. doi: 10.5681/joddd.2014.038.

Abo-Hamar SE, Hiller KA, Jung H, Federlin M, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin Oral Investig*. 2005 Sep;9(3):161-7. doi: 10.1007/s00784-005-0308-5.

Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater*. 2007 Apr;23(4):461-8. doi: 10.1016/j.dental.2006.03.002.

Albert FE, El-Mowafy OM. Marginal adaptation and microleakage of Procera AllCeram crowns with four cements. *Int J Prosthodont*. 2004 Sep-Oct;17(5):529-35.

Antoniuzzi BF, Nicoloso GF, Lenzi TL, Soares FZ, Rocha Rde O. Selective acid etching improves the bond strength of universal adhesive to sound and demineralized enamel of primary teeth. *J Adhes Dent*. 2016;18(4):311-6. doi: 10.3290/j.jad.a36154.

Anusavise KJ. *Phillips materiais dentários*. 11ª ed. Dourado A et al., tradutor. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005. 764 p.

Awliya W, Odén A, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME. Shear bond strength of a resin cement to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions. *Acta Odontol Scand*. 1998 Feb;56(1):9-13. doi: 10.1080/000163598422992.

Azevedo CG, De Goes MF, Ambrosano GM, Chan DC. 1-Year clinical study of indirect resin composite restorations luted with a self-adhesive resin cement: effect of enamel etching. *Braz Dent J*. 2012;23(2):97-103. doi: 10.1590/s0103-64402012000200002.

¹ De acordo com estilo Vancouver.

Bahillo J, Jané L, Bortolotto T, Krejci I, Roig M. Full-mouth composite rehabilitation of a mixed erosion and attrition patient: a case report with v-shaped veneers and ultra-thin CAD/CAM composite overlays. *Quintessence Int.* 2014;45(9):749-56. doi: 10.3290/j.qi.a32439.

Barkmeier WW, Gwinnett AJ, Shaffer SE. Effects of enamel etching time on Bond strength and morphology. *J Clin Orthod* 1985 Jan;19(1):36-8.

Barkmeier WW, Hammesfahr PD, Latta MA. Bond strength of composite to enamel and dentin using Prime & Bond 2.1. *Oper Dent.* 1999 Jan-Feb;24(1):51-6.

Barkmeier WW, Erickson RL, Kimmes NS, Latta MA, Wilwerding TM. Effect of enamel etching time on roughness and bond strength. *Oper Dent.* 2009 Mar-Apr;34(2):217-22. doi: 10.2341/08-72.

Bindl A, Mörmann WH. Marginal and internal fit of all-ceramic CAD/CAM crown-copings on chamfer preparations. *J Oral Rehabil.* 2005 Jun;32(6):441-7. doi: 10.1111/j.1365-2842.2005.01446.x.

Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, Sadan A. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Clin Oral Investig.* 2010 Apr;14(2):187-92. doi: 10.1007/s00784-009-0278-0.

Blatz MB, Vonderheide M, Conejo J. The Effect of Resin Bonding on Long-Term Success of High-Strength Ceramics. *J Dent Res.* 2018 Feb;97(2):132-139. doi: 10.1177/0022034517729134.

Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Int.* 2002 Jun;33(6):415-26.

Bortolotto T, Onisor I, Krejci I. Proximal direct composite restorations and chairside CAD/CAM inlays: marginal adaptation of a two-step self-etch adhesive with and without selective enamel conditioning. *Clin Oral Investig.* 2007 Mar;11(1):35-43. doi: 10.1007/s00784-006-0076-x.

Bowen RL, Cobb EN. A method for bonding to dentin and enamel. *J Am Dent Assoc.* 1983 Nov;107(5):734-6. doi: 10.14219/jada.archive.1983.0337.

Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e38-49. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.150.

Brännström M, Johnson G, Nordenvall KJ. Transmission and control of dentinal pain: resin impregnation for the desensitization of dentin. *J Am Dent Assoc.* 1979 Oct;99(4):612-8. doi: 10.14219/jada.archive.1979.0337.

Brännström M, Nordenvall KJ, Malmgren O. The effect of various pretreatment methods of the enamel in bonding procedures. *Am J Orthod.* 1978 Nov;74(5):522-30. doi: 10.1016/0002-9416(78)90027-1.

Brudevold F, Buonocore M, Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956 Dec;35(6):846-51. doi: 10.1177/00220345560350060401.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955 Dec;34(6):849-53. doi: 10.1177/00220345550340060801.

Buonocore MG. Principles of adhesive retention and adhesive restorative materials. *J Am Dent Assoc.* 1963 Sep;67(3):382-91. doi: 10.14219/jada.archive.1963.0301.

Busscher HJ, Retief DH, Arends J. Relationship between surface-free energies of dental resins and bond strengths to etched enamel. *Dent Mater.* 1987 Apr;3(2):60-3. doi: 10.1016/s0109-5641(87)80004-0.

Calamia JR. Etched porcelain facial veneers: a new treatment modality based on scientific and clinical evidence. *N Y J Dent.* 1983 Sep-Oct;53(6):255-9.

Carpena G, Ballarin A, Aguiar JA. New ceramics approach for contact lens. *Odovtos Int J Dent Sci.* 2015 Nov;17(1):12-8. doi:10.15517/ijds.v0i0.22040.

Carstensen W. The effects of different phosphoric acid concentrations on surface enamel. *Angle Orthod.* 1992 Spring;62(1):51-8. doi: 10.1043/0003-3219(1992)062<0051:TEODPA>2.0.CO;2.

Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, Suh BI, Pashley DH. Effects of prism orientation on tensile strength of enamel. *J Adhes Dent.* 2000 Winter;2(4):251-7.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Oper Dent*. 1998 Sep-Oct;23(5): 250-7.

Christensen GJ, Christensen RP. Clinical observations of porcelain veneers: a three-year report. *J Esthet Dent*. 1991 Sep-Oct;3(5):174-9. doi: 10.1111/j.1708-8240.1991.tb00994.x.

Chow LC, Brown WE. Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. *J Dent Res*. 1973 Sep-Oct;52(5):1158.

Cueto EI, Bonocore MG. Sealing of pits and fissures with na adhesive resin: its use in caries prevention. *J Am Dent Assoc*. 1967 Jul;75(1):121-8. doi: 10.14219/jada.archive.1967.0205.

D'Arcangelo C, Vadini M, D'Amario M, Chiavaroli Z, De Angelis F. Protocol for a new concept of no-prep ultrathin ceramic veneers. *J Esthet Restor Dent*. 2018 May;30(3):173-179. doi: 10.1111/jerd.12351.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005 Feb;84(2):118-32. doi: 10.1177/154405910508400204.

De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2004 Dec;20(10):963-71. doi: 10.1016/j.dental.2004.03.002.

Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*. 2008 Sep;139 Suppl:8S-13S. doi: 10.14219/jada.archive.2008.0361.

Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. Nilson Martello, tradutor. São Paulo: Artes Médicas; 2009. 252 p.

Dennison JB, Sarrett DC. Prediction and diagnosis of clinical outcomes affecting restoration margins. *J Oral Rehabil*. 2012 Apr;39(4):301-18. doi: 10.1111/j.1365-2842.2011.02267.x. Review.

Diniz AC, Bandeca MC, Pinheiro LM, Dos Santos Almeida LJ Jr, Torres CR, Borges AH, Pinto SC, Tonetto MR, De Jesus Tavares RR, Firoozmand LM. Influence of different etching modes on bond strength to enamel using universal adhesive systems. *J Contemp Dent Pract.* 2016 Oct 1;17(10):820-5. doi: 10.5005/jp-journals-10024-1937.

Driessens FC. Mineral aspects of dentistry. *Monogr Oral Sci.* 1982;10:1-215.

Driessens FCM, Verbeeck RMH. *Biomaterials.* 1st ed. Boca Raton: CRC Press; 1990. 440 p.

Duarte S Jr, Botta AC, Meire M, Sadan A. Microtensile bond strengths and scanning electron microscopic evaluation of self-adhesive and self-etch resin cements to intact and etched enamel. *J Prosthet Dent.* 2008 Sep;100(3):203-10. doi: 10.1016/S0022-3913(08)60179-1.

Dunne SM, Millar BJ. A longitudinal study of the clinical performance of porcelain veneers. *Br Dent J.* 1993 Nov 6;175(9):317-21. doi: 10.1038/sj.bdj.4808314.

Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater.* 2009 Nov;25(11):1459-67. doi: 10.1016/j.dental.2009.07.002.

Federlin M, Hiller KA, Schmalz G. Effect of selective enamel etching on clinical performance of CAD/CAM partial ceramic crowns luted with a self-adhesive resin cement. *Clin Oral Investig.* 2014 Nov;18(8):1975-84. doi: 10.1007/s00784-013-1173-2.

Feld FS. The tensile strength of a composite resin on enamel etched with 50% phosphoric acid for various lengths of time. *J Philipp Dent Assoc.* 1977 Mar;30(1):10-2.

Ferracane JL, Stansbury JW, Burke JT. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011 Apr;38(4):295-314. doi: 10.1111/j.1365-2842.2010.02148.x. Review.

Frankenberger R, Lohbauer U, Roggendorf MJ, Naumann M, Taschner M. Selective enamel etching reconsidered: better than etch-and-rinse and self-etch? *J Adhes Dent.* 2008 Oct;10(5):339-44.

Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater*. 2005 May;21(5):397-412. doi: 10.1016/j.dental.2004.07.005.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*. 1979 Apr;58(4):1364-70. doi: 10.1177/00220345790580041101.

Goldstein MB. No-prep/minimal-prep: the perils of oversimplification. *Dent Today*. 2007 Aug;26(8):10.

Gottlieb EW, Retief DH, Jamison HC. An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I: Tensile bond strength studies. *J Prosthet Dent*. 1982 Jul;48(1):48-51. doi: 10.1016/0022-3913(82)90046-4.

Guba CJ, Cochran MA, Swartz ML. The effects of varied etching time and etching solution viscosity on bond strength and enamel morphology. *Oper Dent*. 1994 Jul-Aug;19(4):146-53.

Gurel G, Morimoto S, Calamita MA, Coachman C, Sesma N. Clinical performance of porcelain laminate veneers: outcomes of the aesthetic pre-evaluative temporary (APT) technique. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2012 Dec;32(6):625-35.

Gwinnett AJ, Buonocore MG. Adhesives and caries prevention; a preliminary report. *Br Dent J*. 1965 Jul 20;119:77-80.

Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Arch Oral Biol*. 1971 Jul;16(7):731-8. doi: 10.1016/0003-9969(71)90118-x.

Gwinnett AJ. Structure and composition of enamel. *Oper Dent*. 1992;Suppl 5:10-7.

Halabi S, Matsui N, Nikaido T, Burrow MF, Tagami J. Effect of office bleaching on enamel bonding performance. *J Adhes Dent*. 2019;21(2):167-77. doi: 10.3290/j.jad.a42362.

Hannig C, Hahn P, Thiele PP, Attin T. Influence of different repair procedures on bond strength of adhesive filling materials to etched enamel in vitro. *Oper Dent*. 2003 Nov-Dec;28(6):800-7.

Haralur SB. Microleakage of porcelain laminate veneers cemented with different bonding techniques. *J Clin Exp Dent*. 2018 Feb 1;10(2):e166-e171. doi: 10.4317/jced.53954. eCollection 2018 Feb.

Harnirattisai C, Inokoshi S, Shimada Y, Hosoda H. Adhesive interface between resin and etched dentin of cervical erosion/abrasion lesions. *Oper Dent*. 1993 Jul-Aug;18(4):138-43.

Heintze SD. Systematic reviews: I. The correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strength. II. The correlation between marginal quality and clinical outcome. *J Adhes Dent*. 2007;9 Suppl 1:77-106. Review. Erratum in: *J Adhes Dent*. 2007 Dec;9(6):546.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2007 Jan;23(1):71-80. doi: 10.1016/j.dental.2005.12.002.

Horn HR. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. *Dent Clin North Am*. 1983 Oct;27(4):671-84. Review.

Ianzano JA, Gwinnett AJ. Clinical evaluation of Class V restorations using a total etch technique: 1-year results. *Am J Dent*. 1993 Aug;6(4):207-10.

Inokoshi S, Iwaku M, Fusayama T. Pulpal response to a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*. 1982 Aug;61(8):1014-9. doi: 10.1177/00220345820610080401.

Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent*. 1999 Sep;27(7):523-30. doi: 10.1016/s0300-5712(99)00008-1.

Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*. 1994 May;71(5):453-61. doi: 10.1016/0022-3913(94)90182-1.

Khan AA, Al Kheraif AA, Jamaluddin S, Elsharawy M, Divakar DD. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. *J Adhes Dent*. 2017;19(1):7-19. doi: 10.3290/j.jad.a37720.

Kimmes NS, Barkmeier WW, Erickson RL, Latta MA. Adhesive bond strengths to enamel and dentin using recommended and extended treatment times. *Oper Dent*. 2010 Jan-Feb;35(1):112-9. doi: 10.2341/09-081-L.

Kinch AP, Taylor H, Warltier R, Oliver RG, Newcombe RG. A clinical study of amount of adhesive remaining on enamel after debonding, comparing etch times of 15 and 60 seconds. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1989 May;95(5):415-21.

Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc*. 2000 Jun;131 Suppl:20S-25S. doi: 10.14219/jada.archive.2000.0398.

Land CH. Porcelain dental art. *Dent Cosmos*. 1903 Jun;45(6):437-44.

Layton D, Walton T. An up to 16-year prospective study of 304 porcelain veneers. *Int J Prosthodont*. 2007 Jul-Aug;20(4):389-96.

Legler LR, Retief DH, Bradley EL, Denys FR, Sadowsky PL. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on the shear bond strength of an orthodontic bonding resin to enamel. An in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1989 Dec;96(6):485-92. doi: 10.1016/0889-5406(89)90115-7.

Legler LR, Retief DH, Bradley EL. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch: An in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1990 Aug;98(2):154-60. doi: 10.1016/0889-5406(90)70009-2.

Lin J, Shinya A, Gomi H, Shinya A. Bonding of self-adhesive resin cements to enamel using different surface treatments: bond strength and etching pattern evaluations. *Dent Mater J*. 2010 Aug;29(4):425-32. doi: 10.4012/dmj.2009-140.

Lowe RA. No-prep veneers: a realistic option. *Dent Today*. 2010 May;29(5):80-2, 84, 86.

Lühns AK, Guhr S, Günay H, Geurtsen W. Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin in vitro. *Clin Oral Investig*. 2010 Apr;14(2):193-9. doi: 10.1007/s00784-009-0279-z.

Lynch CD, Opdam NJ, Hickel R, Brunton PA, Gurgan S, Kakaboura A, Shearer AC, Vanherle G, Wilson NH; Academy of Operative Dentistry European Section.

Guidance on posterior resin composites: Academy of Operative Dentistry - European Section. *J Dent*. 2014 Apr;42(4):377-83. doi: 10.1016/j.jdent.2014.01.009.

Magne P, Schlichting LH, Maia HP, Baratieri LN. In vitro fatigue resistance of CAD/CAM composite resin and ceramic posterior occlusal veneers. *J Prosthet Dent*. 2010 Sep;104(3):149-57. doi: 10.1016/S0022-3913(10)60111-4.

Magne P, So WS, Cascione D. Immediate dentin sealing supports delayed restoration placement. *J Prosthet Dent*. 2007 Sep;98(3):166-74. doi: 10.1016/S0022-3913(07)60052-3.

Magne P. Immediate dentin sealing: a fundamental procedure for indirect bonded restorations. *J Esthet Restor Dent*. 2005;17(3):144-54; discussion 155. doi: 10.1111/j.1708-8240.2005.tb00103.x.

Majeti C, Veeramachaneni C, Morisetty PK, Rao SA, Tummala M. A simplified etching technique to improve the adhesion of fiber post. *J Adv Prosthodont*. 2014 Aug;6(4):295-301. doi: 10.4047/jap.2014.6.4.295.

Månson-Rahemtulla B, Retief DH, Jamison HC. Effect of concentrations of phosphoric acid on enamel dissolution. *J Prosthet Dent*. 1984 Apr;51(4):495-8. doi: 10.1016/0022-3913(84)90300-7.

Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e11-6. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.157.

Matos AB, Trevelin LT, Silva BTFD, Francisconi-Dos-Rios LF, Siriani LK, Cardoso MV. Bonding efficiency and durability: current possibilities. *Braz Oral Res*. 2017 Aug 28;31(suppl 1):e57. doi: 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0057.

Mavreas D, Cuzin JF, Boonen G, Vande Vannet B. The effect of various adhesives, enamel etching, and base treatment on the failure frequency of customized lingual brackets: a randomized clinical trial. *Eur J Orthod*. 2018 May 25;40(3):249-253. doi: 10.1093/ejo/cjx055.

McLaren EA, Whiteman YY. Ceramics: rationale for material selection. *Compend Contin Educ Dent*. 2010 Nov-Dec;31(9):666-8, 670, 672 passim; quiz 680, 700.

Mithiborwala SH, Chaugule V, Katge F, Poojari M, Pujari P, Pammi T. A comparative evaluation of the efficacy of etching by the total etch and self-etch dentin bonding

systems in the primary teeth: an in vitro study. *Int J Clin Pediatr Dent*. 2015 Jan-Apr;8(1):30-6. doi: 10.5005/jp-journals-10005-1279.

Miura F, Nakagawa K, Masuhara E. New direct bonding system for plastic brackets. *Am J Orthod*. 1971 Apr;59(4):350-61. doi: 10.1016/0002-9416(71)90231-4.

Myers ML, Dickinson GL, Hoyle SL. Effect of a silica-containing etchant on shear bond strength to dentin. *Pract Periodontics Aesthet Dent*. 1994 Aug;6(6):45-7; quiz 48.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982 May;16(3):265-73. doi: 10.1002/jbm.820160307.

Nanci A. Ten Cate's oral histology: development, structure and function. 2nd ed. St Louis: Mosby; 1985.

Noort RV. Introduction to dental materials. 3rd ed. St. Louis: Mosby Elsevier; 2007. 308 p.

Nosti J. "Thin is in" the art of minimal & no prep veneer. *J N J Dent Assoc* 2009;80(4):30-1.

Öztürk E, Bolay Ş, Hickel R, Ilie N. Shear bond strength of porcelain laminate veneers to enamel, dentine and enamel-dentine complex bonded with different adhesive luting systems. *J Dent*. 2013 Feb;41(2):97-105. doi: 10.1016/j.jdent.2012.04.005.

Pace LL, Hummel SK, Marker VA, Bolouri A. Comparison of the flexural strength of five adhesive resin cements. *J Prosthodont*. 2007 Jan-Feb;16(1):18-24. doi: 10.1111/j.1532-849X.2006.00151.x.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001 Sep;17(5):430-44. doi: 10.1016/s0109-5641(00)00104-4.

Patil D, Singbal KP, Kamat S. Comparative evaluation of the enamel bond strength of 'etch-and-rinse' and 'all-in-one' bonding agents on cut and uncut enamel surfaces. *J Conserv Dent*. 2011 Apr;14(2):147-50. doi: 10.4103/0972-0707.82616.

Perdigão J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent*. 2003;15(1):32-41; discussion 42. doi: 10.1111/j.1708-8240.2003.tb00280.x.

Peters MC, McLean ME. Minimally invasive operative care. I. Minimal intervention and concepts for minimally invasive cavity preparations. *J Adhes Dent*. 2001 Spring;3(1):7-16.

Peterson BE, Callegari BJ, Mihalik CA, Marsh CM, Dunn WJ. Enamel bond strength comparison of self-limiting and traditional etchant systems. *J World Fed Orthod*. 2016;5(4):122-5. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ejwf.2016.11.001>.

Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):105-19. doi: 10.1016/s0109-5641(99)00020-2.

Peumans M, Voet M, De Munck J, Van Landuyt K, Van Ende A, Van Meerbeek B. Four-year clinical evaluation of a self-adhesive luting agent for ceramic inlays. *Clin Oral Investig*. 2013 Apr;17(3):739-50. doi: 10.1007/s00784-012-0762-9.

Pini NP, Aguiar FH, Lima DA, Lovadino JR, Terada RS, Pascotto RC. Advances in dental veneers: materials, applications, and techniques. *Clin Cosmet Investig Dent*. 2012 Feb 10;4:9-16. doi: 10.2147/CCIDEN.S7837.

Powers JM, Finger WJ, Xie J. Bonding of composite resin to contaminated human enamel and dentin. *J Prosthodont*. 1995 Mar;4(1):28-32. doi: 10.1111/j.1532-849x.1995.tb00311.x.

Powers JM, Sakaguchi RL. *Craig's restorative dental materials*. 12th ed. St. Louis: Mosby Elsevier; 2006. 632 p.

Prasad M, Mohamed S, Nayak K, Shetty SK, Talapaneni AK. Effect of moisture, saliva, and blood contamination on the shear bond strength of brackets bonded with a conventional bonding system and self-etched bonding system. *J Nat Sci Biol Med*. 2014 Jan;5(1):123-9. doi: 10.4103/0976-9668.127305.

Radovic I, Mazzitelli C, Chieffi N, Ferrari M. Evaluation of the adhesion of fiber posts cemented using different adhesive approaches. *Eur J Oral Sci*. 2008 Dec;116(6):557-63. doi: 10.1111/j.1600-0722.2008.00577.x.

Retief DH. Effect of conditioning the enamel surface with phosphoric acid. *J Dent Res*. 1973 Mar-Apr;52(2):333-41. doi: 10.1177/00220345730520022401.

Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. *Arch Oral Biol*. 1966 Jan;11(1):41-8. doi: 10.1016/0003-9969(66)90116-6.

Ritter AV. Direct resin-based composites: current recommendations for optimal clinical results. *Compend Contin Educ Dent*. 2005 Jul;26(7):481-2, 484-90; quiz 492, 527.

Rochette AL. A ceramic restoration bonded by etched enamel and resin for fractured incisors. *J Prosthet Dent*. 1975 Mar;33(3):287-93. doi: 10.1016/s0022-3913(75)80085-0.

Rodrigues RF, Ramos CM, Francisconi PA, Borges AF. The shear bond strength of self-adhesive resin cements to dentin and enamel: an in vitro study. *J Prosthet Dent*. 2015 Mar;113(3):220-7. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.08.008.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998 Sep;80(3):280-301. doi: 10.1016/s0022-3913(98)70128-3.

Sadowsky PL, Retief DH, Cox PR, Hernández-Orsini R, Rape WG, Bradley EL. Effects of etchant concentration and duration on the retention of orthodontic brackets: an in vivo study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 1990 Nov;98(5):417-21. doi: 10.1016/S0889-5406(05)81650-6.

Sadowsky SJ. An overview of treatment considerations for esthetic restorations: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2006 Dec;96(6):433-42. doi: 10.1016/j.prosdent.2006.09.018.

Sakaguchi RL, Powers JM. *Craig materiais dentários restauradores*. 13ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2012. 432 p.

Salazar Marocho SM, de Melo RM, Macedo LG, Valandro LF, Bottino MA. Strength of a feldspar ceramic according to the thickness and polymerization mode of the resin cement coating. *Dent Mater J*. 2011;30(3):323-9. doi: 10.4012/dmj.2010-123.

Salz U, Mücke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. *J Adhes Dent*. 2006 Jun;8(3):143-50.

Schlichting LH, Maia HP, Baratieri LN, Magne P. Novel-design ultra-thin CAD/CAM composite resin and ceramic occlusal veneers for the treatment of severe dental erosion. *J Prosthet Dent*. 2011 Apr;105(4):217-26. doi: 10.1016/S0022-3913(11)60035-8.

Schlichting LH, Resende TH, Reis KR, Magne P. Simplified treatment of severe dental erosion with ultrathin CAD-CAM composite occlusal veneers and anterior bilaminar veneers. *J Prosthet Dent*. 2016 Oct;116(4):474-482. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.02.013.

Schneider PM, Messer LB, Douglas WH. The effect of enamel surface reduction in vitro on the bonding of composite resin to permanent human enamel. *J Dent Res*. 1981 May;60(5):895-900. doi: 10.1177/00220345810600050801.

Sekhri S, Mittal S, Garg S. Tensile Bond Strength of Self Adhesive Resin Cement After Various Surface Treatment of Enamel. *J Clin Diagn Res*. 2016 Jan;10(1):ZC01-4. doi: 10.7860/JCDR/2016/13409.7026.

Shafiei F, Jowkar Z, Hosseini N. Influence of Cavity Pretreatments on the Fracture Resistance of Premolars with Self-adhesive Cemented Composite Inlay. *J Contemp Dent Pract*. 2019 Jul 1;20(7):828-33.

Sheykholeslam Z, Brandt S. Some factors affecting the bonding of orthodontic attachments to tooth surface. *J Clin Orthod*. 1977 Nov;11(11):734-43.

Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. *Am J Dent*. 2002 Dec;15(6):373-7.

Shimaoka AM, de Andrade AP, Cardoso MV, & de Carvalho RC. The importance of adhesive area delimitation in a microshear bond strength experimental design. *J Adhes Dent*. 2011 Aug;13(4):307-14. doi: 10.3290/j.jad.a19819.

Short GM, Hembree JH Jr, McKnight JP. The bond strengths of resin systems to etched enamel. *J Prosthet Dent*. 1976 Nov;36(5):538-43. doi: 10.1016/0022-3913(76)90303-6.

Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res.* 1975;9(5):373-87. doi: 10.1159/000260179.

Silverstone LM. Fissure sealants. Laboratory studies. *Caries Res.* 1974;8(1):2-26. doi: 10.1159/000260090.

Singhal R, Pathak A. Comparison of the fracture resistance of reattached incisor tooth fragments using 4 different materials. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2012 Oct-Dec;30(4):310-6. doi: 10.4103/0970-4388.108927.

Soetopo, Beech DR, Hardwick JL. Mechanism of adhesion of polymers to acid-etched enamel. Effect of acid concentration and washing on bond strength. *J Oral Rehabil.* 1978 Jan;5(1):69-80. doi: 10.1111/j.1365-2842.1978.tb00393.x.

Souza R, Barbosa F, Araújo G, Miyashita E, Bottino MA, Melo R, Zhang Y. Ultrathin monolithic zirconia veneers: reality or future? Report of a clinical case and one-year follow-up. *Oper Dent.* 2018 Jan-Feb;43(1):3-11. doi: 10.2341/16-350-T.

Stacey GD. A shear stress analysis of the bonding of porcelain veneers to enamel. *J Prosthet Dent.* 1993 Nov;70(5):395-402. doi: 10.1016/0022-3913(93)90073-w.

Stamatacos C, Simon JF. Cementation of indirect restorations: an overview of resin cements. *Compend Contin Educ Dent.* 2013 Jan;34(1):42-4, 46.

Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res.* 1987 Sep;66(9):1460-5. doi: 10.1177/00220345870660091001.

Strassler HE. Minimally invasive porcelain veneers: indications for a conservative esthetic dentistry treatment modality. *Gen Dent.* 2007 Nov;55(7):686-94; quiz 695-6, 712.

Swanson LT, Beck JF. Factors affecting bonding to human enamel with special reference to a plastic adhesive. *J Am Dent Assoc.* 1960 Nov;61(5):581-6. doi: 10.14219/jada.archive.1960.0222.

Swift EJ Jr, Cloe BC. Shear bond strengths of new enamel etchants. *Am J Dent.* 1993 Jun;6(3):162-4.

Swift EJ Jr. The effect of sealants on dental caries: a review. *J Am Dent Assoc.* 1988 May;116(6):700-4. doi: 10.14219/jada.archive.1988.0031.

Ten Cate R. *Histologia bucal: desenvolvimento, estrutura e função.* 5ª ed. Moleri AB et al., tradutor. Rio de Janeiro: Guanabara; 2001. 439 p.

Triolo PT Jr, Swift EJ Jr, Mudgil A, Levine A. Effects of etching time on enamel bond strengths. *Am J Dent.* 1993 Dec;6(6):302-4.

Tsuchiya K, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsubota K, Tsujimoto A, Berry TP, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M. Effect of a functional monomer (MDP) on the enamel bond durability of single-step self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2016 Feb;124(1):96-102. doi: 10.1111/eos.12232.

Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Latta MA, Miyazaki M. The effect of phosphoric acid pre-etching times on bonding performance and surface free energy with single-step self-etch adhesives. *Oper Dent.* 2016 Jul-Aug;41(4):441-9. doi: 10.2341/15-221-L.

Ultradent.com [homepage on the Internet]. Ultradent Products Inc.; c2019 [citado 7 dez. 2019]. Disponível em: <https://www.ultradent.com/products/categories/bond-etch/etchants/ultra-etch>

Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent.* 2006 Jun;8(3):175-81.

Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent.* 2003 Sep-Oct;28(5):647-60.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):17-28. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.023.

Vargas MA, Bergeron C, Diaz-Arnold A. Cementing all-ceramic restorations: recommendations for success. *J Am Dent Assoc.* 2011 Apr;142 Suppl 2:20S-4S. Review. doi: 10.14219/jada.archive.2011.0339.

Walls AW. The use of adhesively retained all-porcelain veneers during the management of fractured and worn anterior teeth: Part 2. Clinical results after 5 years of follow-up. *Br Dent J.* 1995 May 6;178(9):337-40. doi: 10.1038/sj.bdj.4808759.

Walls AW, Steele JG, Wassell RW. Crowns and other extra-coronal restorations: porcelain laminate veneers. *Br Dent J.* 2002 Jul 27;193(2):73-6, 79-82. doi: 10.1038/sj.bdj.4801489.

Wang WN, Lu TC. Bond strength with various etching times on young permanent teeth. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1991 Jul;100(1):72-9. doi: 10.1016/0889-5406(91)70052-X.

Wendler M, Belli R, Panzer R, Skibbe D, Petschelt A, Lohbauer U. Repair bond strength of aged resin composite after different surface and bonding treatments. *Materials (Basel).* 2016 Jul 7;9(7). pii: E547. doi: 10.3390/ma9070547.

Whittaker DK. Structural variations in the surface zone of human tooth enamel observed by scanning electron microscopy. *Arch Oral Biol.* 1982;27(5):383-92. doi: 10.1016/0003-9969(82)90147-9.

Wilson SM, Lien W, Lee DP, Dunn WJ. Confocal microscope analysis of depth of etch between self-limiting and traditional etchant systems. *Angle Orthod.* 2017 Sep;87(5):766-73. doi: 10.2319/120816-880.1.

Yazici AR, Celik C, Ozgünaltay G, Dayangaç B. Bond strength of different adhesive systems to dental hard tissues. *Oper Dent.* 2007 Mar-Apr;32(2):166-72. doi: 10.2341/06-49.

Zafar MS, Ahmed N. The effects of acid etching time on surface mechanical properties of dental hard tissues. *Dent Mater J.* 2015;34(3):315-20. doi: 10.4012/dmj.2014-083.

Zhu JJ, Tang AT, Matinlinna JP, Hägg U. Acid etching of human enamel in clinical applications: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2014 Aug;112(2):122-35. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.08.024.

Zidam O, Hill G. Phosphoric acid concentration: enamel surface loss and bonding strength. *J Prosthet Dent.* 1986 Mar;55(3):388-92. doi: 10.1016/0022-3913(86)90127-7.

Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J.* 2011;22(1):45-50. doi: 10.1590/s0103-64402011000100008.

ANEXO A - Certificado de Isenção de Análise (Protocolo nº 018/2019) da Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOSUP)

Fundada em 1900
"Em constante busca da excelência"

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Comissão de Ética no Uso de Animais
Tel. (11) 3091 7842
ceuafo@usp.br

CERTIFICADO

Certificamos que o Protocolo CEUA/FOUSP Nº 018/2019 referente ao projeto intitulado: "Condicionamento com ácido fosfórico "tradicional" VS. Autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um dual autoadesivo ao esmalte bovino", sob a responsabilidade de execução dos autores Profa. Dra. Luciana Faváro Francisconi dos Rios e da aluna Juliana Costa Veiga da Silva, colaboradores: Maria Angela Pita Sobral, Bruna de Oliveira Iatarola, Lucas dos Santos Cortopassi e Juan Fernando Ordóñez, foi analisado em reunião realizada em 10 de junho de 2019 e considerado isento de análise da CEUA, por utilizar material de origem animal: 240 dentes da espécie Bos Taurus (gado Nelore), proveniente do Frigorífico Vangélio Mondelli Ltda - Bauru - SP.

São Paulo, 11 de junho de 2019.

Prof. Titular. Víctor Elias Arana-Chavez
Vice-Coordenador do CEUA-FOUSP

Fundada em 1900
"Em constante busca da excelência"

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Comissão de Ética no Uso de Animais
Tel. (11) 3091 7842
ceuafo@usp.br

Protocolo número: 18/2019.

Aprovado pela CEUA em reunião ordinária realizada em 10/6/2019.

Parecerista: Rodolfo Francisco Haltenhoff Melani

Assinatura: [assinatura]

Universidade de São Paulo
Faculdade de Odontologia
Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA

18/05/19

São Paulo, 24 de maio de 2019

Ilmo. Sr.
Prof. Dr. Víctor Elias Arana-Chavez
Coordenador da Comissão de Ética no Uso de Animais – CEUA/FOUSP

Ref.: Solicitação de Certificado de Isenção

Prezados Professores,

Vimos por meio deste, solicitar **Certificado de Isenção da Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA-FOUSP)**, visto que o projeto de pesquisa intitulado “*Condicionamento com ácido fosfórico “tradicional” vs. autolimitante, por diferentes tempos, na resistência de união de um cimento resinoso fotopolimerizável convencional e de um dual autoadesivo ao esmalte bovino*” sob a responsabilidade da aluna *Juliana Costa Veiga da Silva* e orientação da Profa. Dra. *Luciana Fávaro Francisconi dos Rios* do Departamento de *Dentística*, utilizará:

(X) **Material de origem animal da(s) espécie(s) *Bos Taurus* (gado Nelore), proveniente de:**

(x) Frigorífico: Vangélio Mondelli Ltda. (Bauru, SP, Brasil)

() Outro protocolo: _____

Especifique o tipo de tecido ou órgão:

() Osso (x) Dentes () Tecidos moles () Flúidos () Outros: _____

Declaro ainda que os animais utilizados no referido projeto não estão sob a égide da Lei Federal 11.794 de 8 de outubro de 2008.

() **Células de origem animal:**

() linhagens celulares imortalizadas;

() linhagens estabelecidas;

Em caso afirmativo, especifique: _____

() Outro protocolo: _____

Atenciosamente,

Aluno (a): Juliana Costa Veiga da Silva
Orientador (a): Luciana Fávaro Francisconi dos Rios

Obs: Encaminhando o detalhamento do procedimento experimental que será utilizado.

Aprovado pela CEUA em 10/6/2019. Parecerista: [assinatura]

Av. Prof. Lineu Prestes, 2227 - São Paulo - SP - CEP 05508-000
Telefone(0XX11) 3091-7842 - FAX (0XX11) 3091-7638
e-mail: ceuafo@usp.br

Recebido
29/05/19
[assinatura]